

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CERRO LARGO

2015

UNIVERSIDADE FEDERAL DA FRONTEIRA SUL – UFFS

**EXTRAÇÃO DE ÓLEO DE SOJA COM ETANOL:
DADOS DE EQUILÍBRIO E DIMENSIONAMENTO DE
UM MÓDULO EXPERIMENTAL PARA ESTUDO DA
TRANSFERÊNCIA DE MASSA DO SISTEMA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

EDUARDO HENRIQUE ROTTA

CERRO LARGO – RS

2015

EDUARDO HENRIQUE ROTTA

**EXTRAÇÃO DE ÓLEO DE SOJA COM ETANOL: DADOS DE EQUILÍBRIO E
DIMENSIONAMENTO DE UM MÓDULO EXPERIMENTAL PARA ESTUDO DA
TRANSFERÊNCIA DE MASSA DO SISTEMA**

Trabalho apresentado à Universidade Federal da Fronteira Sul, como parte das exigências do Curso de Graduação em Engenharia Ambiental, para a obtenção do título de Engenheiro Ambiental.

Prof. Dr. Bruno München Wenzel
(Orientador)

CERRO LARGO

2015

**EXTRAÇÃO DE ÓLEO DE SOJA COM ETANOL: DADOS DE EQUILÍBRIO E
DIMENSIONAMENTO DE UM MÓDULO EXPERIMENTAL PARA ESTUDO DA
TRANSFERÊNCIA DE MASSA DO SISTEMA**

Trabalho apresentado à Universidade Federal
da Fronteira Sul, como parte das exigências do
Curso de Graduação em Engenharia
Ambiental, para a obtenção do título de
Engenheiro Ambiental.

Aprovado em 4 de DEZEMBRO de 2015

Benhur de Godoi

Prof.. Dr. Benhur de Godoi – UFFS
(Membro da banca)

Fabiano Cassol

Prof. Dr. Fabiano Cassol – UFFS
(Membro da banca)

Bruno München Wenzel

Prof. Dr. Bruno München Wenzel
(Orientador)

À minha família.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, pela compreensão, incentivo, experiência e esforços sem medidas, demonstrados de maneira constante, que foram fundamentais para a conclusão de mais uma etapa da vida.

Ao meu irmão, por toda e qualquer forma de estímulo demonstrada ao longo da graduação.

À minha companheira, colega e amiga, pela paciência, carinho, amor e troca de saberes no decorrer do curso, auxiliando nos momentos de dificuldades e compartilhando momentos de felicidade.

Ao professor coordenador do curso e meu orientador, pela confiança na elaboração deste trabalho e também pelas horas dedicadas à transmissão de conhecimento e troca de experiências.

A todos os demais colegas da Engenharia Ambiental, pelo companheirismo, risadas e tristezas superadas.

À voluntária do projeto, pelo auxílio prestado junto à realização dos experimentos em laboratório.

Aos demais professores do curso de Engenharia Ambiental, fundamentais para a minha formação tanto profissional quanto humana.

À Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo, o corpo docente, técnicos administrativos e de laboratórios, à direção e demais terceirizados pela solicitude e competência, oportunizando o êxito nesta caminhada.

SUMÁRIO

Lista de Ilustrações	i
Lista de Tabelas	ii
Simbologia e Nomenclatura	iii
Resumo	iv
Abstract	v
1. Introdução	1
2. Objetivos	3
2.1 Objetivo Geral	3
2.2. Objetivos específicos	3
3. Referencial Teórico	4
3.1. Produção de Biodiesel em escala industrial	4
3.1.1. Extração do óleo	5
3.1.2 Reação de transesterificação.....	7
3.2. Matérias-primas	8
3.2.1. Soja	8
3.2.2. Etanol	8
4. Obtenção de Dados de Equilíbrio	10
4.1. Fundamentos Teóricos.....	10
4.2. Materiais e Métodos	11
4.2.1. Preparação das amostras	11
4.2.2. Determinação da umidade e material volátil	11
4.2.3. Determinação do teor de óleo na semente	12
4.2.4. Procedimento experimental para obtenção dos dados de equilíbrio.....	13
4.2.4.1. Determinação do equilíbrio da extração sólido-líquido.....	15
4.2.4.2. Planejamento experimental - fatorial completo 2^k com pontos centrais.....	15
4.3. Resultados e Discussões	16
4.3.1. Caracterização da matéria-prima: teor de óleo e umidade.....	16
4.3.2. Tempo necessário para o equilíbrio da extração de óleo de soja com etanol	17

4.3.3. Planejamento experimental fatorial completo 2^3 e teste de curvatura quadrática	18
4.4. Conclusões	25
5. Dimensionamento de um Módulo Experimental para Investigação da Transferência de Massa do Sistema.....	26
5.1. Fundamentos Teóricos.....	26
5.1.1. Balanço material – coluna de extração	27
5.1.2. Outros aspectos físicos relativos à transferência de massa.....	28
5.2. Materiais e Métodos	29
5.2.1. Método utilizado para solução das equações	29
5.2.2. Simulações do comportamento da extração	31
5.2.3. Dimensionamento do módulo experimental	32
5.3. Resultados e Discussões	33
5.3.1. Simulações	33
5.3.2. Módulo experimental.....	36
5.4. Conclusões	39
6. Considerações Finais	40
7. Referências Bibliográficas.....	41
Apêndice A – Resultado das Simulações	45

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 - Processo de produção de Biodiesel.....	4
Figura 3.2 - Extrator tipo <i>De Smet</i>	6
Figura 3.3 - Extrator tipo <i>Rotocell</i>	6
Figura 4.1 - Extrator de óleos e graxas.....	12
Figura 4.2 - Banho-maria agitador com movimento recíproco Dubnoff.....	14
Figura 4.3 - Evaporador rotativo e as bombas utilizadas.	14
Figura 4.4 - Gráficos de equilíbrio para as temperaturas de 30°C, 70°C e 50°C.....	17
Figura 4.5 - Comparação da extração dos dados experimentais com os valores preditos pelo modelo	21
Figura 4.6 - Distribuição randômica dos resíduos.....	22
Figura 4.7 - Extração percentual para diferentes temperaturas e razão etanol:óleo, para etanol com pureza de 99,5% (+1).....	23
Figura 4.8 – Extração percentual para diferentes temperaturas e pureza do etanol, para razão etanol:óleo de 20:1 (+1).....	24
Figura 4.9 – Extração percentual para diferentes razões etanol:óleo e pureza do etanol, para temperatura de 70°C (+1).	24
Figura 5.1 - Coluna de leito fixo e empacotado	27
Figura 5.2 - Ilustração de como o MVF age ao longo da coluna de extração	30
Figura 5.3 - Relação da altura com o tempo de extração – comportamento da fase líquida...34	
Figura 5.4 - Relação da altura com o tempo necessário para extração de óleo – fase sólida..35	
Figura 5.5 – Croqui do módulo experimental a ser confeccionado.....	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 - Variáveis independentes: valores reais e os respectivos níveis.....	16
Tabela 4.2 - Caracterização da matéria-prima a partir dos teores de óleo e umidade	16
Tabela 4.3 - Valores experimentais e preditos para a matriz codificada: corridas 1 a 8 correspondem ao planejamento fatorial completo 2^3 e a corrida 9 é o ponto central.	19
Tabela 4.4 - Análise de variância (ANOVA) dos fatores e suas interações no modelo fatorial completo 2^3 e o teste de curvatura quadrática.	20
Tabela 4.5 - Resultados otimizados.	22
Tabela 5.1 - Dados obtidos em revisão bibliográfica	31
Tabela 5.2 - Valores utilizados nas simulações	32
Tabela 5.3 - Significado e importância das variáveis escolhidas para o dimensionamento de um módulo experimental.	33
Tabela 5.4 – Resultado das simulações do processo para uma altura da coluna de extração de 1 m e diâmetro interno do tubo de 0,055 metros.	35
Tabela 1 - Resultado das simulações utilizando as variáveis dispostas na Tabela 5.2.	45

SIMBOLOGIA E NOMENCLATURA

a_p	área interfacial específica para transferência de massa	$[L^2 L^{-3}]$
C	constante de Henry para o equilíbrio entre as fases	adimensional
D_{ab}	coeficiente de difusão	$[L^2 T^{-1}]$
d_p	diâmetro da partícula	$[L]$
K_Y	coeficiente global referenciado à fase líquida	$[M L^{-2} T^{-1} (\Delta Y_A)^{-1}]$
L	Altura do leito	$[L]$
Re	número de Reynolds	adimensional
Sc	número de Schmidt	adimensional
Sh	número de Sherwood	adimensional
t	tempo de extração	$[T]$
u_s	velocidade superficial de percolação do solvente	$[L T^{-1}]$
X_a	fração molar de óleo na fase sólida	adimensional
Y_a	fração molar de óleo na fase fluida	adimensional
z	distância de percolação do solvente em relação ao topo da coluna	$[L]$

Letras Gregas

ε	porosidade do leito	adimensional
ρ	massa específica	$[M L^{-3}]$
μ	viscosidade do fluido	

Sobrescritos

*	em equilíbrio com a concentração no seio da outra fase
<i>abs</i>	estado absoluto

Subscritos

a	espécie química óleo
$solv$	espécie química solvente
ent	condição de entrada na coluna de extração

RESUMO

Eduardo Henrique Rotta. Extração de óleo de soja com etanol: dados de equilíbrio e dimensionamento de um módulo experimental para estudo da transferência de massa do sistema.

A sensibilização para as questões energéticas e ambientais decorrentes da queima de combustíveis fósseis tem incentivado a busca por biocombustíveis – destacando-se o etanol e o biodiesel. Industrialmente, o biodiesel é produzido, principalmente, através da transesterificação entre um triglicerídeo e um álcool de cadeia curta, exigindo que o óleo seja previamente extraído da oleaginosa utilizando um solvente, sendo o hexano o mais comum. Dentro deste contexto, o presente trabalho propõe a avaliação da viabilidade técnica do emprego de etanol como solvente de extração de óleo de soja, uma vez que ele também deve ser utilizado como reagente da transesterificação, possibilitando a diminuição dos custos. O presente trabalho divide-se em duas etapas: (i) Avaliação do equilíbrio da extração sólido-líquido, e (ii) dimensionamento de um módulo experimental para estudos dos aspectos de transferência de massa. Na primeira parte caracterizou-se a semente de soja em relação ao teor de óleo e umidade. O tempo necessário para o equilíbrio da extração também foi estimado. Ainda, através de um planejamento experimental fatorial completo 2^3 , com ponto central, onde os fatores investigados foram a temperatura, razão etanol:óleo e pureza do solvente, foi realizada uma análise estatística e um modelo linear de primeira ordem para a extração sólido-líquido foi proposto. Com isto, as condições ótimas de operação foram determinadas. A segunda parte da pesquisa focou no dimensionamento de um módulo experimental para futuro estudo de aspectos de transferência de massa envolvidos na extração de óleo de soja com etanol. A modelagem matemática do sistema envolveu equações de conservação de massa, resolvidas pelo Método dos Volumes Finitos, a partir do qual foram realizadas simulações com base em dados da literatura, propondo uma coluna de extração com dimensões e operação adequadas. Como resultado, propõe-se uma coluna de extração de 0,055 m de diâmetro interno e 1 m de altura, com alimentação de sólidos em batelada e vazões de etanol na faixa entre de 0,02 a 1,5 L min⁻¹, através de bomba centrífuga de 1/6 cv de potência. O sistema permite a manutenção da temperatura em parâmetros pré-definidos.

Palavras-chave: Extração sólido-líquido. Equilíbrio de fases. Coluna de extração. Transferência de massa.

ABSTRACT

Eduardo Henrique Rotta. Soybean Oil Extraction with ethanol: equilibrium data and scaling module for an experimental study of the mass transfer system.

The awareness of energy and environmental issues arising from the burning of fossil fuels has encouraged the search for biofuels - highlighting the ethanol and biodiesel. Industrially, biodiesel is produced mainly by transesterification of a triglyceride and a short chain alcohol, requiring the previous oil extraction from oleaginous using a solvent, the hexane being the most common. Within this context, this work proposes the assessment of technical feasibility of ethanol employment as soybean oil extraction solvent, since it must also be used as the transesterification reagent, enabling the reduction of costs. This work is divided into two stages: (i) measuring equilibrium solid-liquid extraction, and (ii) scaling module for an experimental study of the mass transfer issues. In the first part soybean seed was characterized with respect to oil and moisture content. The time required for balancing the extraction was also estimated. Furthermore, through a complete factorial design 2^3 with central point, where investigated factors were the temperature, ethanol:oil ratio and purity of the solvent, a statistical analysis was performed and a linear model of the first order for the solid-liquid extraction has been proposed. With this, the optimal operating conditions have been determined. The second part of the research has focused on designing a module for future experimental studies of mass transfer issues involved in soybean oil by extraction with ethanol. Mathematical modeling of the system involved mass conservation equations solved by Finite Volume Method, from which were carried out simulations based on data from literature, proposing an extraction column with appropriate dimensions and operation. As a result, it proposes an extraction column of 0.055 m internal diameter and 1 m in height, solid loading batch and ethanol flows in the range of 0.02 to 1.5 L min⁻¹, using centrifugal pump 1/6 horsepower. The system allows for maintenance of the temperature pre-set parameters.

Keywords: solid-liquid extraction. Phase equilibrium. Extraction column. Mass transfer.

1. INTRODUÇÃO

A energia tornou-se um fator crucial para a humanidade manter o atual crescimento econômico e alto padrão de vida. Estima-se que o mundo precisará de 46% mais energia em 2040 do que em 2010 (EIA, 2013). O setor dos transportes, neste contexto, deverá aumentar sua demanda por energia em cerca de 40% neste mesmo período (EIA, 2013)

No Brasil, o setor de transportes é o segundo maior consumidor de energia, após o setor industrial, sendo responsável pelo consumo de 32% do total de energia (BRASIL, 2014). Mundialmente, acredita-se que este setor é atualmente responsável por cerca de 60% da demanda de petróleo e será o setor de maior crescimento da demanda de energia no futuro (ATABANI *et al*, 2012).

Paralelamente, os dados do Painel Intergovernamental de Mudanças Climáticas das Nações Unidas (IPCC) apontam para mudanças climáticas, devido ao aquecimento global, relacionadas à queima de combustíveis fósseis e sua emissão de gases de efeito estufa. A sensibilização para as questões energéticas e ambientais decorrentes da queima de combustíveis fósseis tem incentivado a busca por fontes alternativas de energia – fontes renováveis ao invés do petróleo e seus derivados. Entre essas fontes, no que tange o setor de transportes, destacam-se o etanol e o biodiesel.

A produção de biodiesel em escala industrial é realizada, principalmente, por meio da reação de transesterificação de um triglicerídeo (óleo) e um álcool de cadeia curta (metanol ou etanol), com ou sem catalisador. Para a realização desse processo, é necessária a extração prévia do óleo da oleaginosa em questão, utilizando um solvente, sendo o hexano o mais comum. O hexano atende, em geral, as exigências para extração, possuindo propriedades como a elevada solubilização do óleo, elevada taxa de extração quando em situação de equilíbrio, imiscibilidade em água e não oxida tubulações e equipamentos. Entretanto, apresenta algumas desvantagens, como alta inflamabilidade, toxicidade e de custo elevado (uma vez que há perdas, iminentemente). Quando analisada a cadeia de produção de biodiesel, ainda, verifica-se a necessidade de um processo de separação e recuperação do solvente ao final da extração.

Neste contexto, a presente pesquisa visa investigar uma nova rota para a produção industrial de biodiesel. A proposta é avaliar a possibilidade de emprego de álcool (etanol) como solvente em processos de extração de óleo de soja. Uma vez que o etanol pode ser utilizado como um dos reagentes para a produção de biodiesel, evita-se a necessidade de extração prévia e transporte do óleo extraído para outra planta industrial, obtendo-se, então, o biocombustível.

Além disso, a utilização de etanol como solvente para a extração de óleo substitui a etapa de separação (usualmente por evaporação seguida de destilação). Outra vantagem está no fato de que as plantas industriais atualmente em operação no Brasil podem ser adaptadas a este novo processo, com poucas modificações. O principal desafio acerca da substituição do hexano por etanol é que, para uma produção eficiente de biodiesel, emprega-se um excesso de álcool em relação à quantidade estequiométrica necessária, fazendo com que este excesso precise ser removido.

Este estudo deve ser encarado como uma primeira etapa no contexto da tecnologia proposta, e se divide em dois grandes tópicos. O primeiro tem como foco de estudo o equilíbrio da reação de extração de óleo de soja com etanol, através de um planejamento experimental fatorial completo com ponto central e o ajuste de um modelo linear de primeira ordem. Os experimentos foram realizados em duplicata, e em triplicata no ponto central. Já o segundo tópico engloba a modelagem matemática do processo de extração sólido-líquido. Esta modelagem visa o dimensionamento de condições experimentais em uma coluna de extração, onde serão realizados experimentos futuros para estudo do efeito de diversas variáveis sobre a transferência de massa do processo, ou seja, a cinética de extração. Ao longo de ambos os tópicos são estudados os fundamentos teóricos, os materiais e métodos que possibilitaram a realização do estudo e os respectivos resultados são apresentados.

Por fim, são apresentadas as considerações finais e, ainda, sugerem-se os passos seguintes, visando dar continuidade ao desenvolvimento do processo.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Avaliar a viabilidade técnica de emprego do etanol como solvente do processo de extração de óleo de soja, determinando o equilíbrio sólido-líquido. Dimensionar um equipamento para estudo da transferência de massa do sistema extrativo.

2.2. Objetivos específicos

- Realizar experimentos para determinação dos dados de equilíbrio da extração de óleo de soja com etanol sob diversas condições de temperatura, razão álcool/triglicerídeo e umidade dos grãos;
- Utilizar a técnica de planejamento experimental e análise estatística para os experimentos de equilíbrio da extração sólido-líquido;
- Modelar matematicamente o processo de extração em leito fixo e dimensionar um módulo experimental que permita a extração e determinação das variáveis relativas a transferência de massa do processo.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

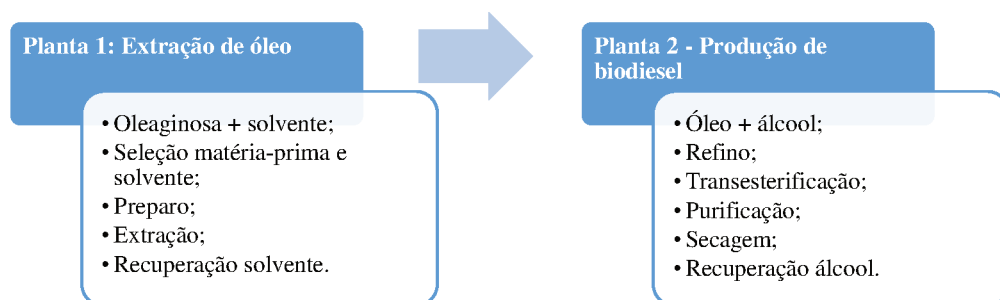
O biodiesel pode ser definido como um éster monoalquílico de ácidos graxos de cadeia longa derivados de óleos vegetais ou de gorduras animais e álcool, obtido com ou sem o uso de um catalisador (KNOTHE, GERPEN e KRAHL, 2005). Comparado ao óleo diesel, o biodiesel possui menos enxofre, saldo líquido de carbono próximo de zero, menores emissões de poluentes, como CO, material particulado, hidrocarbonetos não queimados, além de maiores quantidades de oxigênio (que leva a combustão completa e proporciona a redução nas emissões) (FAZAL, HASEEB e MASJUKI, 2011).

Este combustível tem sido usado em muitos países (Estados Unidos da América, Brasil, Alemanha, França, Itália, Malásia e Indonésia, entre outros), no entanto o potencial para a sua produção e aplicação é muito maior. Atualmente, de acordo com Atabani *et al* (2012), mais de 95% do biodiesel é produzido a partir de óleos comestíveis, sendo que no Brasil as matérias-primas mais usuais são: óleo de soja, óleo de palma (comestíveis), óleo de mamona e óleo de algodão (não comestíveis). O Brasil atualmente é o quinto maior produtor de biodiesel no mundo (SHARMA e SINGH, 2009).

3.1. Produção de Biodiesel em escala industrial

Convencionalmente, o biodiesel é produzido em duas etapas separadas. Primeiramente, extrai-se o óleo da oleaginosa por meio de técnicas de extração em uma unidade fabril específica. Em um segundo momento, o óleo é encaminhado à outra unidade para, então, produzir o biodiesel através da reação de transesterificação, adicionando ao óleo os reagentes necessários ao processo, como etanol e catalisadores. Um esquema é apresentado na Figura 3.1.

Figura 3.1 - Processo de produção de Biodiesel.



Fonte: adaptado de Embrapa (2001).

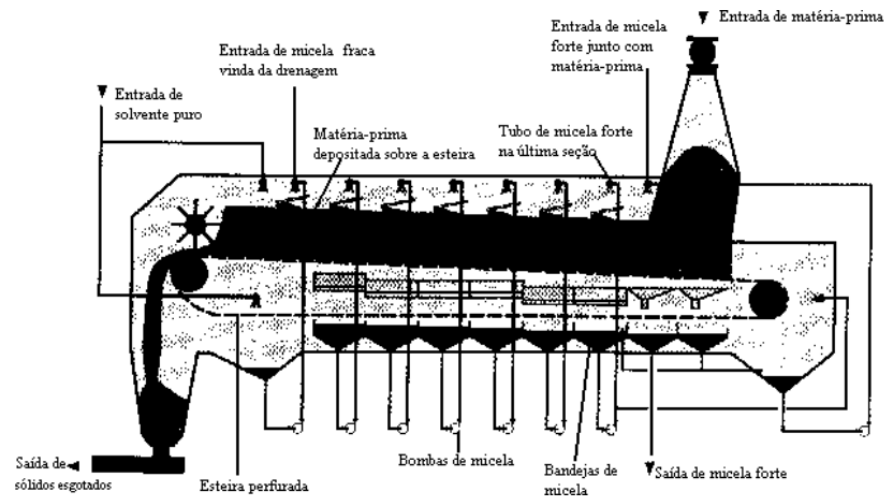
3.1.1. Extração do óleo

Existem diversos métodos de extração que podem ser utilizados. Dentre os mais comuns se destacam: (i) extração mecânica, (ii) extração mista (prensagem + solvente), (iii) extração com solvente ou extração sólido-líquido e, (iv) extração enzimática. Os dois primeiros métodos são pouco usuais, já que apresentam baixo rendimento para aplicação em maiores escalas, enquanto que a extração enzimática ainda tem custo e tempo de extração elevados. A extração com solvente é a técnica mais difundida comercialmente, permitindo elevados rendimentos e economia de energia (NAVARRO, 2002). Conforme Zachi (2007), a extração é comumente realizada em extratores de inserção contínua de solvente e de geometria horizontal, sendo os mais conhecidos o extrator do tipo *De Smet* (Figura 3.2) e o *Rotocell* (Figura 3.3).

Industrialmente, a extração envolve etapas de escolha e preparação da matéria-prima, escolha do solvente (quando utilizado), a extração em si e, por último, a recuperação do solvente (THOMAS, 2003). Para viabilizar o processo de extração, deve-se selecionar matérias-primas com teor considerável de óleo, com escala de produção adequada e baixo custo. Atabani *et al* (2012), a partir de uma revisão da literatura, apontam que a matéria-prima representa 75% do custo total da produção. A respeito do solvente, quando utilizado, este deve ser seletivo ao composto de interesse presente no sólido e, preferencialmente, de baixa viscosidade, possibilitando uma maior turbulência no sistema de extração (GREEN e PERRY, 2008). De acordo com Zachi (2007), os solventes mais utilizados nos processos de extração são os hidrocarbonetos leves do petróleo (pentano, hexano, heptano e octano). Dentre os citados, tem-se preferência pelo hexano, uma vez que permite extrair óleo com extrema eficiência, chegando a valores próximos de 99% (VELOSO, 2003).

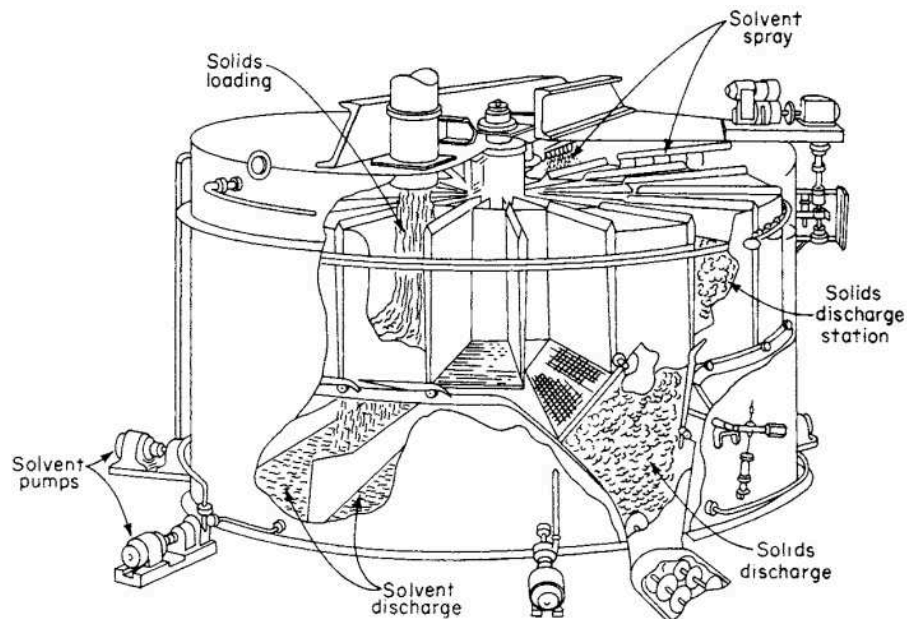
Em um segundo momento, deve-se preparar a matéria-prima. De acordo com Parente (2003), a preparação engloba uma série de operações visando dar características adequadas à matéria-prima submetida a extração, obtendo-se a máxima taxa de conversão. Conforme Rodrigues (2011), essa etapa varia em função da matéria-prima, do processo de extração escolhido, do solvente e da forma de contato entre o material e o solvente (quando utilizado). Quando se adota o processo de extração sólido-líquido, a preparação da matéria-prima engloba as seguintes operações unitárias: pesagem da matéria-prima, limpeza dos grãos, secagem, homogeneização da umidade, quebra e descascamento, trituração, cozimento, laminação e extrusão (NAVARRO, 2002; ZACHI, 2007, GREEN e PERRY, 2008). Thomas (2003), ainda aponta outras duas etapas após a extrusão, chamadas de aquecimento e descompressão.

Figura 3.2 - Extrator tipo *De Smet*.



Fonte: Thomas (2003).

Figura 3.3 - Extrator tipo *Rotocell*



Fonte: Green e Perry (2008)

Após completo o processo de extração, a recuperação do solvente é fundamental. Quando o hexano é utilizado, eventuais perdas desse solvente ao longo do processo acarretam em um alto custo, motivando a inserção de uma etapa final de recuperação do solvente. De acordo com Zachy (2007), a recuperação pode ser realizada por processos de evaporação, destilação, dessolventização e tostagem, sendo mais comum a destilação e a dessolventização.

A destilação da micela visa separar o solvente do óleo com o aquecimento da mistura, enquanto que a operação de dessolventização tem como objetivo remover os residuais de solvente presentes na torta através de contato direto com vapor d'água.

3.1.2. Reação de transesterificação

O processo de transesterificação, ou alcoólise, de triglicerídeos é um processo de produção de biodiesel empregado mundialmente (SILVA FILHO, 2010). Neste processo, um triglicerídeo (óleo vegetal ou gordura animal) reage com um álcool (usualmente metanol ou etanol) na presença de um catalisador (ácido ou alcalino) formando uma mistura de ésteres monoalquílicos em maior quantidade, que compõem o biodiesel, e o glicerol (KUCEK, 2004).

Segundo Encarnação (2008), a produção de biodiesel através da transesterificação engloba etapas de preparação da matéria-prima, reação, separação de fases, purificação do produto (ésteres e glicerina) e recuperação/desidratação do álcool. A preparação da matéria-prima visa adequá-la a parâmetros de umidade e acidez aceitáveis para o processo, sendo então neutralizada através de lavagem com solução alcalina de hidróxido de sódio ou de potássio, e posteriormente secada ou desumidificada (ENCARNAÇÃO, 2008).

A respeito da reação de transesterificação, conforme Knothe, Gerpen e Krah (2005) ela ocorre usualmente em um reator com agitação – sendo em batelada para pequena escala e contínuo para larga escala –, onde misturam-se, primeiramente, o álcool anidro e o catalisador (usualmente hidróxido de sódio). Após completa a mistura, adiciona-se o óleo vegetal e o reator é aquecido até a faixa de 60°C a 70°C. A reação pode-se completar em temperaturas mais baixas, como 32°C, entretanto a reação leva um intervalo de tempo maior para concluir (DIB, 2010)

Ao final da transesterificação, a massa que sai do reator contém os produtos da reação e o excesso dos reagentes (SILVA FILHO, 2010). Faz-se necessário, portanto, um processo de separação de fases, no qual os ésteres (biodiesel) e a glicerina são separados por gravidade, podendo adotar centrífugas para agilizar o processo (CGEE, 2004). A purificação dos produtos presentes em ambas as fases é realizada separadamente por meio de evaporação, visando a eliminação dos constituintes voláteis, e por destilação a vácuo para retirar impurezas. O álcool presente em ambas as fases é recuperado através de um condensador acoplado às etapas subsequentes de evaporação, e posteriormente encaminhado para destilação, removendo percentuais de água presentes em sua composição (SILVA FILHO, 2010).

3.2. Matérias-primas

3.2.1. Soja

No Brasil, de acordo com o Balanço Energético Nacional, no ano de 2013 a soja ocupava a primeira posição em matéria-prima utilizada para a produção de biodiesel, com 68,6%, seguido pelo sebo bovino, com 17,3%. Esse predomínio da soja frente às outras matérias-primas se dá por motivos técnicos e econômicos, bem como pelo fato de a soja ser a principal cultura sazonal no Brasil (TOMAZIN JR, 2008)

Em relação aos fatores técnicos, a composição de um grão de soja depende de variantes ligadas ao cultivo, como a variedade da planta, e das condições de crescimento, como localização geográfica e condições ambientais (NAVARRO, 2002). Thomas (2003), aponta que a matéria sólida do grão é composta de: 8-10% de água, 17-20% de óleo, 38-40% de proteínas, 26-29% de carboidratos, 5% de fibras ou celulose e 5% de cinzas. O mesmo autor afirma que o baixo teor de fibras permite economia de solvente em extrações do tipo sólido-líquido, uma vez que há uma relação de proporção direta entre as duas variáveis.

Conforme já citada a sua importância nas culturas sazonais brasileiras, a soja ocupa a quarta posição no ICB (Índice de Commodities Brasil)¹. Neste cenário, o Brasil é o maior exportador do complexo (grãos, farelo e óleo) e o segundo produtor mundial, atrás apenas dos Estados Unidos (MOLINARI, 2012). Para a safra de 2014/15, a Companhia Nacional de Abastecimento (CONAB), estimou, em setembro de 2015, uma produção total de pouco mais de 96 milhões de toneladas de soja em todo o território brasileiro, totalizando um acréscimo de 11,8% em relação à safra anterior – 2013/2014. O estado do Rio Grande do Sul, por sua vez, encontra-se na terceira posição em produção da oleaginosa no país (sendo o Mato Grosso o primeiro colocado e o Paraná o segundo colocado), com produção estimada de 14 milhões de toneladas de grão na safra de 2014/2015 (CONAB, 2015).

3.2.2. Etanol

O hexano como solvente atende uma série de características determinantes para o processo de extração, porém as suas desvantagens colocam em dúvida a sua utilização (THOMAS, 2003). Apesar de apresentar boa dissolução em óleo, composição homogênea,

¹ Disponível na página da BM&FBOVESPA (www.bmfbovespa.com.br) no dia 11/11/2015.

estreita faixa de temperatura de ebulição, imiscibilidade em água e baixo calor latente de ebulição, de acordo com Embrapa (2001), a literatura aponta que esse solvente provém de uma fonte não-renovável de matéria-prima, é tóxico, inflamável, de alta volatilidade e de custo elevado. Essas desvantagens reforçam a necessidade da busca de solventes alternativos para extração, destacando-se o etanol.

Tomazin Jr (2008) aponta que o etanol é um solvente biodegradável e atóxico (em pequenas quantidades), que possui grande potencial na extração de óleo e, sendo assim, possível de substituir o hexano sem grandes perdas de rendimento. Motiva a sua utilização, além dos fatores ambientais, fatores econômicos como a grande quantidade produzida em território brasileiro, com volume de 27.608,6 mil m³ no ano de 2013 (BRASIL, 2014). Entretanto, como desvantagem, o etanol apresenta a característica de miscibilidade em água, possibilitando a ocorrência de azeótropos, que é uma mistura de dois ou mais líquidos que agem como uma substância pura e com ponto de ebulição constante e fixo, dificultando a sua separação (EMBRAPA, 2001). Outra desvantagem é apontada por Thomas (2003), em que para utilização de etanol seria necessária maior área para ocorrência da extração.

Em relação à solubilidade, parâmetro importante na escolha do solvente, o etanol apresenta eficiência satisfatória em temperaturas próximas ao seu ponto de ebulição. De acordo com Rao *et al* (1955), a temperatura em que o etanol é totalmente miscível ao óleo, situação ótima para o processo, depende da hidratação do solvente, sendo 70°C para o etanol absoluto, 80°C para o etanol hidratado 98% e 90°C para o etanol hidratado 95,4%. Temperaturas acima desses valores não apresentam maior favorecimento para a extração.

4. OBTENÇÃO DE DADOS DE EQUILÍBRIO

No decorrer deste capítulo é apresentado um estudo acerca do equilíbrio da extração de óleo de soja com etanol. No Tópico (4.1) são discutidos os fundamentos teóricos do processo, englobando a definição de equilíbrio e as variáveis envolvidas. Já no Tópico (4.2) são abordadas as metodologias empregadas para realização dos experimentos, desde a preparação da matéria-prima até a obtenção de dados para análise estatística. Por último, no Tópico (4.3), os resultados são analisados e discutidos, além da determinação das condições ótimas para extração.

4.1. Fundamentos Teóricos

A condição de equilíbrio entre as fases sólida e fluida é um dos principais parâmetros que influencia no processo de extração (VELOSO, 2003). A medida que o processo de extração ocorre, o óleo é transferido da fase sólida para a fase líquida, até atingir um equilíbrio, cessando o processo de transferência de massa (GANDHI *et al.*, 2003). Segundo Embrapa (2001), através da análise do equilíbrio da reação pode-se determinar a velocidade de extração.

Conforme Thomas (2003) e Veloso (2003), há inúmeros fatores que influenciam no processo de extração de óleo e, consequentemente, na condição de equilíbrio. Dentre os principais fatores estão a natureza da matéria-prima, a temperatura do processo e o solvente. Em relação à natureza da matéria-prima, Thomas (2003) afirma que a oleaginosa selecionada deve ter teor de óleo adequado para extração, além de reduzido teor de fibras, facilitando a operação e reduzindo as quantidades necessárias de solvente.

No que se refere à temperatura do processo, Thomas (2003) afirma que a temperatura influencia significativamente na variação da viscosidade do óleo e da solubilidade entre os dois compostos (óleo e solvente). Conforme Zachi (2007), na medida que a temperatura aumenta, a viscosidade do óleo diminui, penetrando com mais facilidade nos poros das partículas e, portanto, retirando uma maior quantidade de óleo. Quanto a solubilidade, Rao *et al* (1955) estudaram as solubilidades dos óleos de algodão, amendoim, gergelim e soja no etanol anidro e hidratado e, para o óleo de soja, em específico, a solubilidade aumenta significativamente até uma temperatura crítica (aproximadamente 70°C), sendo próxima à temperatura de ebulição do solvente.

Com relação ao solvente, o processo de extração é afetado pela sua quantidade e qualidade. Thomas (2003) afirma que a quantidade de solvente depende da composição do grão,

ou seja, quanto maior o teor de fibra maior será a quantidade de solvente necessária. Segundo Bernardini (*apud* Thomas, 2003) uma relação adequada seria 2800 cm³ de solvente por 100 g de grão, ou seja, uma razão solvente:óleo de aproximadamente 12:1. Razões maiores podem provocar maior solubilidade da glicerina, dificultando a separação de fases (TOMAZIN Jr, 2008). No que diz respeito à qualidade, refere-se à pureza do solvente ou, ainda, à concentração de água que ele possui. Para o caso do etanol, ele pode estar na condição anidra (livre de água) e hidratada (com concentrações de água variáveis). Para o processo em questão, o aumento do teor de água no etanol suprime fortemente a extração de sólidos solúveis (RODRIGUES, 2013). Isso se deve ao fato de que a hidratação do solvente afeta a solubilidade da mistura etanol mais óleo e, para amenizar esse efeito, são necessárias maiores temperaturas ou ainda empregar sistemas pressurizados, podendo tornar o processo oneroso (RAO, 1955; TOMAZIN Jr, 2008).

4.2. Materiais e Métodos

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Operações Unitárias da Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo. Os materiais e as metodologias empregadas serão abordados ao longo dos respectivos subitens.

4.2.1. Preparação das amostras

A preparação das amostras para os experimentos envolveu o peneiramento e a trituração da semente. Em um primeiro momento, a amostra foi submetida à uma peneira de análise granulométrica de malha mesh 4, a fim de retirar impurezas como pequenas folhas, sedimentos, etc. Em um segundo momento, o grão selecionado foi triturado com o auxílio de um moinho analítico até que atingisse a faixa granulométrica de 0,71 a 1,41 milímetros, determinada pelas peneiras de malha mesh 14 e 25. Posteriormente, a amostra preparada fora armazenada em recipientes hermeticamente fechados para evitar a degradação da amostra.

4.2.2. Determinação da umidade e material volátil

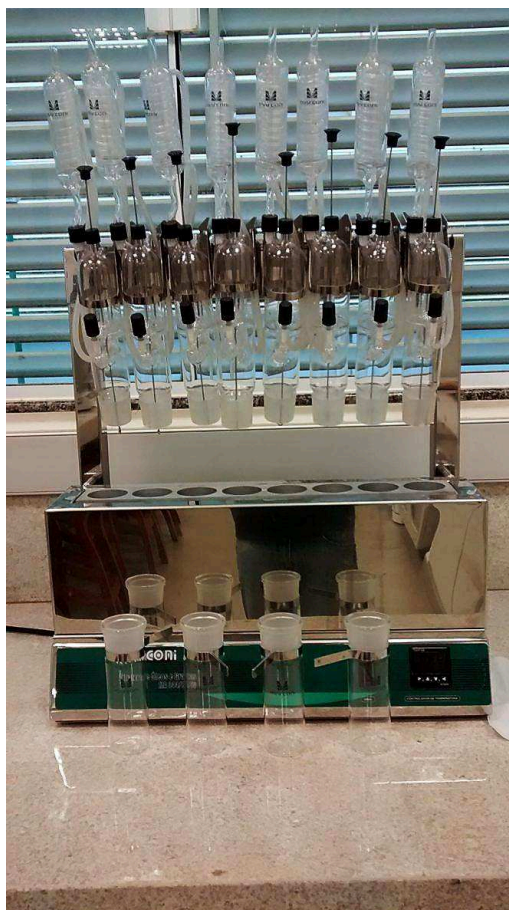
A umidade do grão preparado foi determinada de acordo com a metodologia oficial AOCS (*American Oil Chemists' Society*) Ac 2-41. Esta norma estabelece a determinação por gravimetria, com a manutenção da amostra em temperatura de 130°C durante 3 horas. Foi

utilizada uma estufa de secagem com circulação e renovação do ar, recipientes cerâmicos, plástico filme PVC para cobrir as amostras e um dessecador. Foram realizadas 4 réplicas.

4.2.3. Determinação do teor de óleo na semente

A determinação do teor de óleo na semente foi realizada através de adaptação da metodologia AOCS Ac 3-44 (1997), além das instruções contidas no manual do extrator. Utilizou-se um extrator de óleos e graxas (Figura 4.1), e éter de petróleo P.A. como solvente de extração.

Figura 4.1 - Extrator de óleos e graxas.



Fonte: arquivo pessoal

O primeiro passo foi tomar nota da massa dos compartimentos de armazenamento do solvente, chamados de *reboilers*, em uma balança analítica eletrônica. Após, adicionou-se 1g de soja moído nos papéis celulósicos e 200 mL de solvente em cada um dos *reboilers*. A

extração envolveu 3 etapas com tempos diferenciados, sendo a fervura durante 5 horas, banho por gotejamento por 2 horas e recuperação do solvente por tempo indeterminado.

O *reboiler* é então retirado do equipamento e encaminhado à estufa de secagem com circulação e renovação de ar, a fim de eliminar completamente eventuais traços de solvente ainda presentes no óleo. Não existe um tempo pré-definido para esse processo, sendo retirada a amostra da estufa após eliminação do odor do solvente.

O último passo foi a pesagem, na mesma balança, dos compartimentos de armazenamento, agora contendo óleo. O conteúdo de óleo extraído foi determinado pela diferença da massa final e a massa inicial dos *reboilers*. Para se conhecer o teor de óleo na semente, dividiu-se a massa de óleo extraída nesse processo pela massa total de amostra utilizada, multiplicando o resultado por cem, sendo o valor final expresso em porcentagem. O teor de óleo total contido na semente foi calculado através de média aritmética dos experimentos, realizados em quadruplicata, visando a diminuição do erro experimental na obtenção dos resultados.

4.2.4. Procedimento experimental para obtenção dos dados de equilíbrio

O procedimento experimental de determinação de óleo extraído com etanol fora desenvolvido através de revisão bibliográfica, adotando-se metodologia adaptada de FREITAS e LAGO (2007) e CAVALCANTE, SOUSA e HAMAWAKI (2011). Essa metodologia foi utilizada na determinação do tempo necessário para o equilíbrio e para o planejamento experimental, discutidos nos Tópicos 4.2.4.1 e 4.2.4.2.

Em primeiro lugar, a matéria-prima preparada foi disposta juntamente com o solvente (álcool etílico absoluto) em um Erlenmeyer, em razão solvente:óleo conhecida. O recipiente foi selado com rolha antiácida para evitar a perda de massa por evaporação e encaminhado ao Banho-maria com agitador de movimento recíproco Dubnoff (Figura 4.2), em temperatura desejada, permanecendo sob agitação constante. O tempo em que a amostra foi submetida à agitação dependeu das condições aplicadas.

Após a amostra ser retirada do banho, foi submetida a filtração à vácuo. A filtração da amostra tem como princípio separar a parte líquida da parte sólida, e utiliza para isso papel filtro quantitativo, funil de Büchner de 90 mm de diâmetro, um kitassato para armazenamento e uma bomba de vácuo.

A mistura óleo+solvente obtida no processo anterior foi encaminhada, então, ao evaporador rotativo, demonstrado na Figura 4.3. Esse processo tem como objetivo secar

totalmente a amostra, evaporando o solvente e eventuais traços de água presentes no óleo. O processo de evaporação tem duração de 3 horas, com temperatura do banho de 60°C, em baixa rotação e vácuo alternável, dependendo do tipo de solvente, variando de 600 mmHg (quando etanol anidro) a 720 mmHg (quando etanol hidratado). Para atingir o valor de 720 mmHg fez-se uso de duas bombas em série (mesmo modelo utilizado para filtração das amostras).

Figura 4.2 - Banho-maria agitador com movimento recíproco Dubnoff



Fonte: arquivo pessoal.

Figura 4.3 - Evaporador rotativo e as bombas utilizadas.



Fonte: arquivo pessoal.

Após esse processo, retirou-se o balão (fundo chato ou redondo) do evaporador e encaminhou-se para uma estufa de secagem e esterilização, em temperatura fixada a 60°C, onde permaneceu por mais 1 hora. Esta etapa visa a evaporação de eventuais traços de solvente ainda

presentes e as gotículas de água dispostas na parte externa do balão. Ao final do processo, o recipiente foi pesado em balança semi-analítica eletrônica e, descontando a massa inicial do balão, obteve-se a massa de óleo extraído durante o processo. A fração (ou porcentagem) de óleo extraído foi determinada pela razão entre a quantidade de óleo extraído e a quantidade de óleo presente na massa de soja inicialmente adicionada.

4.2.4.1. Determinação do equilíbrio da extração sólido-líquido

Conforme já abordado, a extração sólido-líquido demanda um certo tempo para que atinja o seu estado de equilíbrio. Para se conhecer esse tempo, realizaram-se experimentos de equilíbrio em diversos tempos, para três temperaturas distintas, 30°C, 50°C e 70°C. Utilizou-se uma razão de 10 partes de solvente (etanol) para quantidade de soja contendo 1 parte de óleo.

Foram utilizados tempos entre 0,5 a 240 horas, por meio da metodologia especificada em 4.2.4.

4.2.4.2. Planejamento experimental - fatorial completo 2^k com pontos centrais

Para a realização do planejamento experimental, estudou-se algumas variáveis que, supunha-se, exerciam alguma influência no equilíbrio da extração sólido-líquido. Os fatores selecionados, com as respectivas influências já discutidas no início do Capítulo 4, foram: temperatura (T), razão molar solvente:óleo (R) e pureza do solvente (P).

Sendo assim, adotou-se um planejamento experimental fatorial completo em dois níveis (2^3), com ponto central. Os valores dos fatores, sendo (-1) para o nível inferior, (0) para o ponto central e (+1) para o nível superior, podem ser conferidos na Tabela 4.1.

O tempo em que as amostras foram mantidas sob agitação foi o tempo necessário para que a extração atinja seu estado estacionário. Para a aferição da quantidade de solvente adicionado a cada amostra, utilizou-se provetas de 25 mL e de 50 mL. Para a diluição das amostras que faziam uso de etanol hidratado, fora diluído água destilada junto ao etanol P.A., com o auxílio de pipetas graduadas de 1 mL e 10 mL. As corridas experimentais foram realizadas em duplicata, exceto a do ponto central, que foi realizada em triplicata.

Tabela 4.1 - Variáveis independentes: valores reais e os respectivos níveis.

Fator	Unidade	Símbolo	Níveis		
			-1	0	+1
Temperatura	°C	T	30	50	70
Razão etanol/óleo	(g etanol) (g de óleo) ⁻¹	R	10:1	15:1	20:1
Pureza do solvente	vol%	P	95,5	97,5	99,5

Fonte: o autor

4.3. Resultados e Discussões

4.3.1. Caracterização da matéria-prima: teor de óleo e umidade

A caracterização da matéria-prima engloba a determinação do teor de umidade e do teor de óleo contido na semente. Por meio das metodologias descritas anteriormente, para cada caso específico, obteve-se os valores médios dispostos na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Caracterização da matéria-prima a partir dos teores de óleo e umidade

Parâmetro	Resultado
Teor de umidade	5,27%
Teor de óleo	18,31%

Fonte: dados experimentais

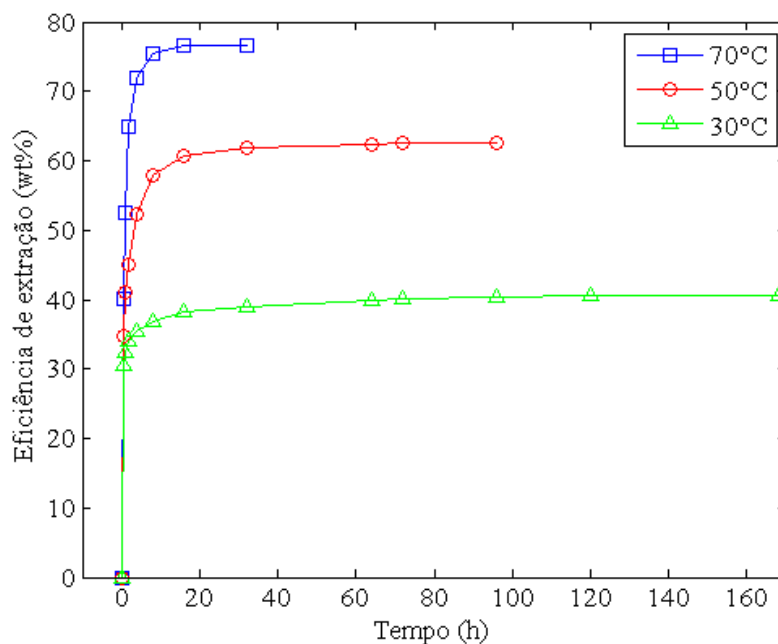
Conforme Thomas (2003), o teor de umidade tem que ser muito bem ajustado. Segundo o mesmo autor, a água dificulta a entrada do solvente na matéria-prima, reduzindo a transferência de massa entre as fases. Entretanto, a água também confere certo grau de elasticidade ao sólido, impedindo a fratura em inúmeras partículas, o que afetaria negativamente a percolação. Industrialmente, definem-se como aceitáveis umidades entre 8% a 12% após o condicionamento do grão (VELOSO, 2003; ZACHI, 2007; RODRIGUES, 2013). Porém, Tomazin Jr (2008) aponta que valores abaixo dessa faixa podem contribuir com o reaproveitamento da micela em extrações posteriores, haja vista que há uma menor hidratação do solvente durante a extração.

No que se refere ao teor de óleo, as sementes são influenciadas pelo tipo de cultivar, a localização geográfica da cultura e fatores ambientais (como estresses hídricos) (NAVARRO, 2002). O valor obtido neste trabalho é próximo aos valores apontados na literatura. Veloso (2003), adota 18% de óleo na semente de soja para análise teórico-experimental da extração de óleo de soja em um reator do tipo *Rotocell*. Em estudo realizado no estado do Paraná, Albrecht *et al* (2008) obteve uma faixa de valores médios de 18,30% a 23,95%, avaliando o teor de óleo em sementes de soja por Soxhlet para três cultivares. Valores semelhantes também foram reportados por Cavalcante, Sousa e Hamawaki (2011), através de determinação por Soxhlet e Ressonância Magnética Nuclear (RMN) para diferentes cultivares do grão produzidos no estado de Minas Gerais, obtendo uma faixa de 13,5% a 21,6% de óleo em massa de soja.

4.3.2. Tempo necessário para o equilíbrio da extração de óleo de soja com etanol

Por meio da metodologia utilizada para elaboração dos gráficos de equilíbrio, foi possível determinar o tempo necessário para que se atinja o equilíbrio entre as fases sólida e fluida. Os gráficos para as temperaturas de 30°C, 50°C e 70°C estão dispostas na Figura 4.4.

Figura 4.4 - Gráficos de equilíbrio para as temperaturas de 30°C, 70°C e 50°C.



Fonte: o autor

A partir da análise do gráfico, pode-se inferir o tempo necessário para o processo atingir o estado estacionário. Para a temperatura de 30°C, são necessárias cerca de 120 horas, para a temperatura de 50°C esse tempo diminui para 72 horas, enquanto que para a temperatura de 70°C são necessárias 16 horas. Esses tempos são maiores que os analisados na literatura, principalmente na temperatura mais alta (70°C), para qual Gandhi *et al* (2003) aponta como tempo necessário para que o processo atinja o equilíbrio entre as fases de 10 horas, enquanto Dagostin, Carpiné e Corazza (2015) reportam que 2 horas são suficientes para alcançar o equilíbrio (utilizando biodiesel como co-solvente).

A demanda por maior tempo pode estar atrelada ao condicionamento da matéria-prima e, consequentemente, ao tamanho das partículas. Para o presente trabalho, o grão foi apenas triturado até atingir uma faixa granulométrica conhecida, enquanto que para ambos os trabalhos citados o grão foi submetido ao tratamento convencional adotado em escala industrial (facilitando a penetração do solvente). Ainda, para o trabalho de Dagostin, Carpiné e Corazza (2015), utilizou-se ésteres alquílicos (biodiesel) como co-solvente ao processo de extração, melhorando a solubilidade do sistema sólido-líquido.

4.3.3. Planejamento experimental fatorial completo 2³ e teste de curvatura quadrática

Os experimentos realizados a partir do planejamento experimental fatorial completo em dois níveis foram analisados estatisticamente. Essa análise tem como objetivo determinar os fatores e suas interações que resultam em alterações significativas da extração de óleo de soja. Além disso, estudar as relações entre as variáveis e determinado a curvatura significativa para a extração a partir dos experimentos do ponto central. Para a investigação, adotou-se como base princípios apresentados em Padilha *et al* (2012).

Os valores obtidos experimentalmente, bem como valores preditos pelo modelo estatístico, que será apresentado mais adiante, estão dispostos na Tabela 4.3. Os resultados são expressos como valor médio, com intervalo de confiança de 95%. As corridas 1 a 8 correspondem ao planejamento fatorial completo 2³. A corrida 9 se refere ao ponto central.

Tabela 4.3 - Valores experimentais e preditos para a matriz codificada: corridas 1 a 8 correspondem ao planejamento fatorial completo 2^3 e a corrida 9 é o ponto central.

Corrida	Fatores codificados			X – Extração de óleo (%)*			
	T	R	P	Experimental		Predito	
1	-1	-1	-1	35,1	± 0,4	27,8	
2	-1	-1	1	39,9	± 0,6	48,9	
3	-1	1	-1	43,6	± 1,2	48,5	
4	-1	1	1	77,1	± 20,3	69,9	
5	1	-1	-1	59,4	± 0,0	65,0	
6	1	-1	1	93,4	± 2,7	86,0	
7	1	1	-1	89,7	± 6,1	86,0	
8	1	1	1	101,8	± 2,7	107,1	
9	0	0	0	67,0	± 3,7	67,4	

Legenda: * Intervalo médio de $\pm 95\%$ de confiança. Para os valores experimentais, a variância foi calculada considerando 2 repetições, exceto para a nona corrida, quando 3 repetições foram efetuadas.

Fonte: o autor

O planejamento experimental 2^3 foi aplicado para determinar o efeito e a interação entre os fatores nas respostas. Ainda, foi aplicado o teste da curvatura quadrática, comparando os experimentos do ponto central com a média entre os experimentos dos pontos axiais, testando a significância de um modelo de superfície de resposta linear de primeira ordem. A análise de variância está demonstrada na Tabela 4.4. Essa análise foi baseada nas corridas 1 a 8 (Tabela 4.3). O erro experimental foi obtido com base nas réplicas em todos os experimentos.

Os resultados na Tabela 4.4 mostram que todos os fatores principais (temperatura (T), razão solvente:óleo (R) e pureza do solvente (P)) influenciam significativamente sobre o equilíbrio do processo de extração, enquanto que as interações entre os fatores não apresentaram efeitos significativos. Por outro lado, a possível presença de uma curvatura quadrática em um modelo de superfície de resposta não se mostrou significativa, de forma que o modelo linear de primeira ordem pode ser considerado suficiente para descrição dos resultados da extração.

Tabela 4.4 - Análise de variância (ANOVA) dos fatores e suas interações no modelo fatorial completo 2³ e o teste de curvatura quadrática.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	F-valor	p-valor	Decisão*
T	5526,4	1	1318,7	<0,001	S
R	1.775,8	1	423,7	<0,001	S
P	1778,7	1	424,4	<0,001	S
T R	11,9	1	2,83	0,123	NS
T P	15,0	1	3,57	0,088	NS
R P	11,3	1	2,69	0,132	NS
T R P	642,4	1	153,3	<0,001	S
Curvatura quadrática pura	0,56	1	0,134	0,722	NS
Erro Experimental	41,91	10			

Legenda: * Baseado em um nível de 95% de significância (nível de significância, $\alpha=0.05$): S – significativo; NS – não-significativo.

Fonte: o autor.

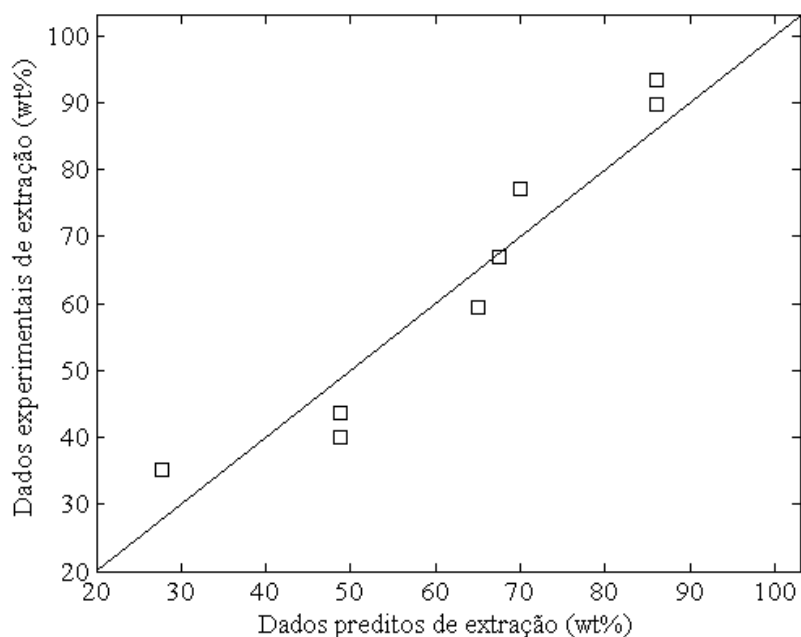
Com a utilização das variáveis que demonstraram significância para o experimento, propôs-se um modelo linear de primeira ordem, disposto na Equação 4.1. O modelo ilustra a dependência da variável resposta (X, eficiência de extração, wt%) em relação aos fatores codificados. O modelo foi ajustado a partir dos dados experimentais por meio de regressão linear. O coeficiente de determinação obtido foi de $R^2 = 0,930$, podendo-se afirmar que o modelo predito apresenta uma boa correlação aos dados obtidos em laboratório.

$$X = 67,4 + 18,6 T + 10,5 R + 10,5 P, \quad R^2 = 0,930 \quad (4.1)$$

Os valores obtidos através da aplicação da Equação 4.1 podem ser observados na Tabela 4.4, dispostos com o objetivo de compará-los com os dados experimentais. Também para comparação, na Figura 4.5 é apresentado um gráfico dos dados preditos pelo modelo versus os dados obtidos experimentalmente. Ainda, a Figura 4.6 apresenta um gráfico da distribuição randômica dos resíduos (definido como a diferença dos valores experimentais para os preditos).

Como pode ser analisado, nenhum dado ultrapassou 10% de diferença entre o resultado experimental e o predito pelo modelo.

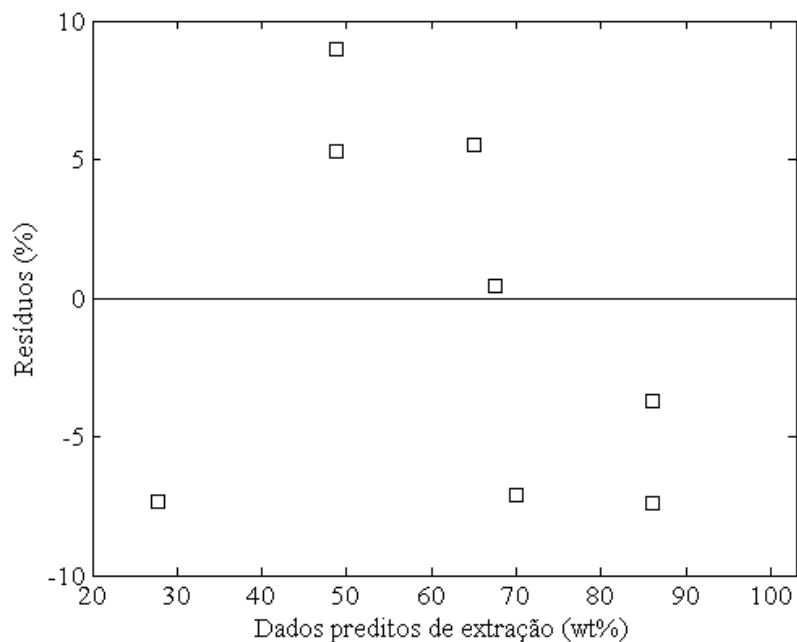
Figura 4.5 - Comparação da extração dos dados experimentais com os valores preditos pelo modelo



Fonte: o autor

A partir do modelo proposto para descrição do processo, uma otimização para o problema fora proposta: máxima extração de óleo de soja utilizando o etanol como solvente. Uma vez que o sistema experimental obedece um comportamento linear, com coeficiente angular positivo, pode-se aferir que a condição de máxima eficiência ocorre nos níveis mais altos dos fatores temperatura (T), razão etanol:óleo (R) e pureza do solvente (P). Os valores dos fatores para a condição ótima estão expressos na Tabela 4.5, bem como o valor da máxima eficiência de extração.

Figura 4.6 - Distribuição randômica dos resíduos.



Fonte: dados experimentais

Tabela 4.5 - Resultados otimizados.

Variáveis		Valor*
Condições ótimas		
T	Temperatura (°C)	70,0 (+1)
R	Razão etanol:óleo (g etanol) (g de óleo) ⁻¹	20,0 (+1)
P	Pureza do solvente (vol%)	99,5 (+1)
Máxima extração		
X	Extração de óleo (%)	107,1

Legenda: * valores reais e codificados

Fonte: o autor.

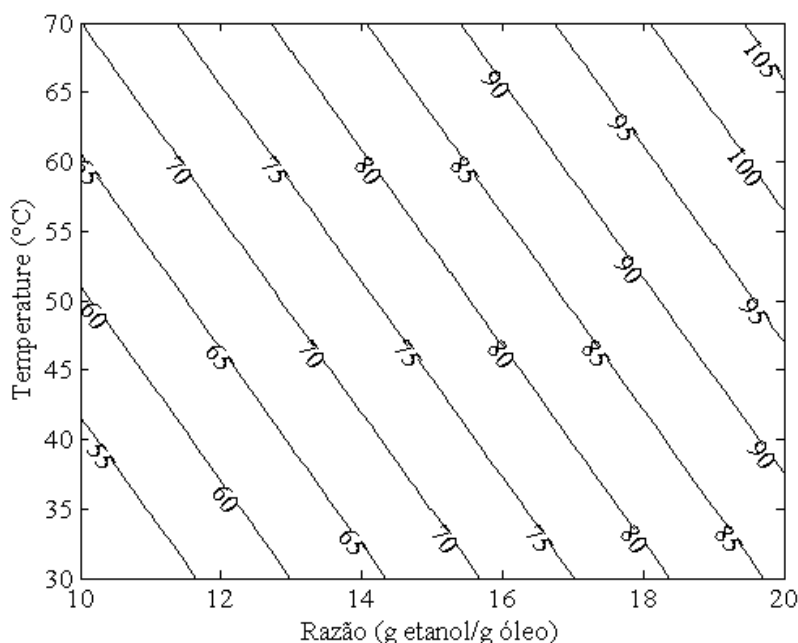
O fato da extração com etanol apresentar um rendimento de extração maior que o obtido com éter de petróleo (conforme metodologia específica para determinação do teor de óleo na semente) é também reportado por Dagostin, Carpiné e Corazza (2015). Para justificar esse caso, os autores apontam que o etanol possui capacidade de extrair outros compostos presentes no grão além dos lipídeos ou compostos não-polares.

Em âmbito industrial, entretanto, pode não ser viável – tanto técnica quanto economicamente – operar o processo nas condições ótimas reportadas pelo modelo. Isso se deve

ao fato da condição ótima empregar temperatura, pureza e quantidade de solvente elevada. Para tanto, necessitaria grande carga de energia e etanol de característica anidra. Tendo isso em vista, as extrações nas demais condições operacionais podem ser visualizadas nas Figuras 4.7, 4.8 e 4.9.

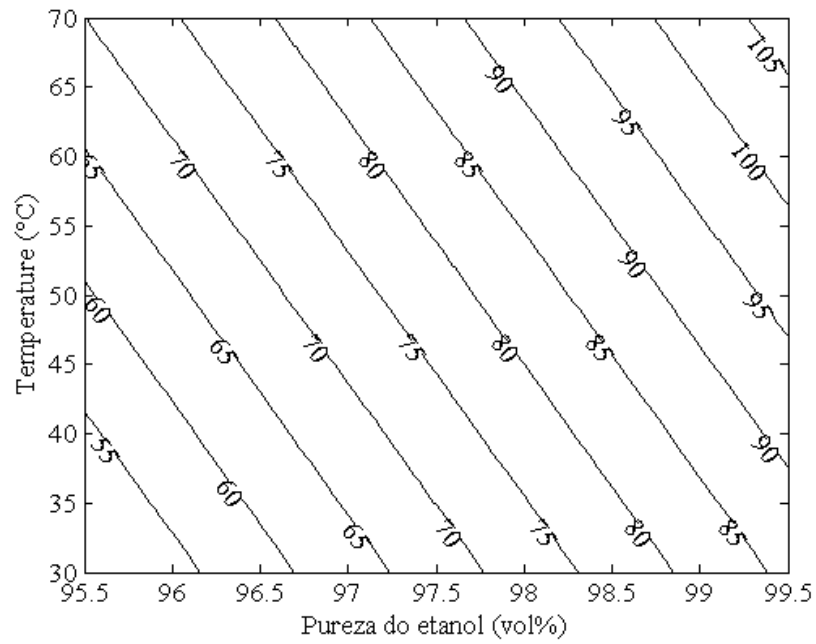
Caso a escolha das variáveis de extração ocorra a partir do modelo proposto, ou das curvas de nível apresentadas, é recomendável que a extração tenha uma extração próxima a 100% de óleo em massa de grão. Na Figura 4.7, por exemplo, para que se tenha uma eficiência próxima a máxima, a razão etanol:óleo não deve ser inferior a 18:1, bem como a temperatura não deve ser inferior a 55°C. Para as demais figuras, pode-se fazer análise análoga, sempre adotando a combinação dos fatores para que a extração atinja eficiência máxima (ou muito próximo disso). Isso se deve ao fato de que não são considerados aspectos de transferência de massa no modelo e, assim sendo, ao aplicar em escala real, a eficiência do processo será levemente inferior à reportada neste trabalho.

Figura 4.7 - Extração percentual para diferentes temperaturas e razão etanol:óleo, para etanol com pureza de 99,5% (+1).



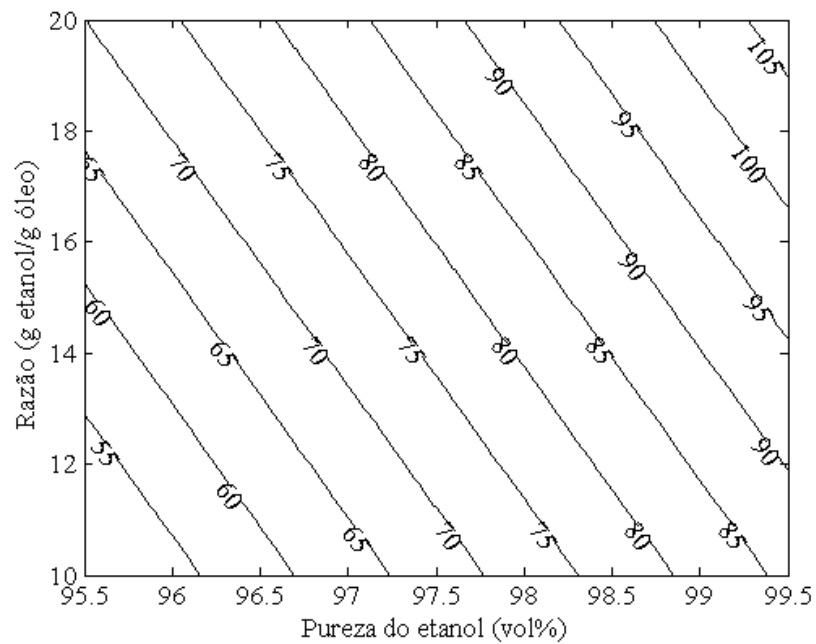
Fonte: dados experimentais

Figura 4.8 – Extração percentual para diferentes temperaturas e pureza do etanol, para razão etanol:óleo de 20:1 (+1).



Fonte: dados experimentais

Figura 4.9 – Extração percentual para diferentes razões etanol:óleo e pureza do etanol, para temperatura de 70°C (+1).



Fonte: dados experimentais

4.4. Conclusões

Neste capítulo, foi estudado o equilíbrio da extração de óleo de soja com etanol. Uma amostra de soja foi caracterizada, apresentando 18,31% de óleo e 5,27% de umidade.

Nos experimentos de extração, foi inicialmente determinado o tempo necessário para que a extração atinja o seu equilíbrio. Foi determinado para três diferentes temperaturas: 30°C, 50°C e 70°C, obtendo-se, respectivamente, 120, 72 e 16 horas.

Posteriormente, foi executado um planejamento experimental fator 2^k e realizada uma análise estatística dos dados de equilíbrio obtidos. Os dados mostram que ambos os fatores investigados influenciam na extração: temperatura, razão etanol:óleo e pureza do solvente. Com base na análise de variância, verificou-se a influência dos efeitos principais, mas sem influência da interação entre fatores. Um teste de curvatura quadrática mostrou que um modelo de primeira ordem é suficiente para descrever os dados experimentais, em detrimento de um de 2ª ordem. Assim, foi ajustado um modelo linear de primeira ordem para descrição dos dados. O modelo apresentou coeficiente de determinação de $R^2 = 0,930$. A partir do modelo obtido, as condições de máxima extração foram apontadas, sendo os maiores níveis de todos os fatores adotados (+1). Foram apresentados gráficos de curva de nível para a variável de resposta.

5. DIMENSIONAMENTO DE UM MÓDULO EXPERIMENTAL PARA INVESTIGAÇÃO DA TRANSFERÊNCIA DE MASSA DO SISTEMA

Até atingir o equilíbrio, a extração sólido-líquido experimenta aspectos relativos a transferência de massa. De acordo com Majumdar, Samanta e Sengupta (1995), em algum ponto do extrator e em algum intervalo de tempo, sempre haverá uma diferença de concentração de óleo entre a fase sólida e a fase líquida. Essa diferença de concentração resulta em uma transferência de óleo da fase sólida para a líquida (*bulk*), fenômeno ao qual dá-se o nome de difusão.

Segundo Azevedo (1996), a difusão é influenciada por diversos fatores. O primeiro deles é a natureza da partícula, que engloba tamanho, formato e rigidez, exercendo influência direta na capacidade do solvente em adentrar os poros e extrair o óleo e também no tempo de detenção necessário para que a extração ocorra completamente. Os gradientes de concentração também são fundamentais, tendo em vista que determinam a força motriz da extração e tem relação direta com o equilíbrio. Outro fator importante é a relação entre as vazões de sólido e líquido que entram no equipamento, chamada de taxa de percolação do solvente para extratores de leito fixo. Por último, mas não menos importante, a temperatura exerce influência direta na dissolução por alterar as características do solvente, como viscosidade, e da solubilidade entre os compostos.

Tendo em vista todos os fatores que afetam a transferência de massa, aponta-se a importância da modelagem da extração sólido-líquido e o dimensionamento de um módulo experimental que permita o estudo de todos esses aspectos. Esses estudos serão o foco do Capítulo 5.

5.1. Fundamentos Teóricos

A modelagem matemática do processo de extração de óleo de soja em um extrator de leito fixo e empacotado baseia-se nas equações de conservação de massa (equação da continuidade), das resistências envolvidas no processo e da relação de equilíbrio entre as duas fases presentes no sistema: a fase poro e a fase bulk.

Uma série de considerações foram adotadas para a modelagem física e matemática do sistema, tais como: regime permanente; a diferença de concentração sendo a força motriz para a transferência de óleo da fase sólida para a fase fluida; óleo sendo o único componente solúvel;

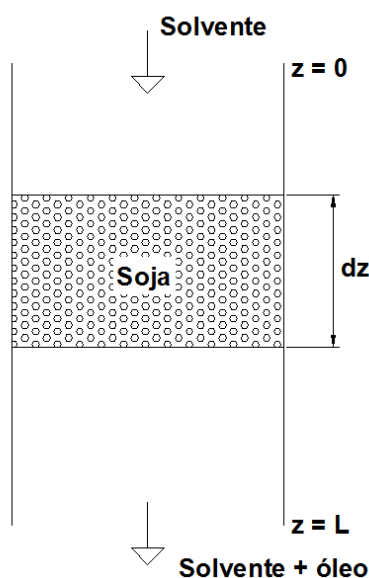
sólidos com poros definidos, de mesmo tamanho e sendo completamente preenchidos por óleo; temperatura constante; e sem geração de calor.

O modelo proposto é baseado em trabalhos apresentados por Majumdar, Samanta e Sengupta (1995), Navarro (2002), Thomas (2003), Veloso (2003), Bley (2007) e Souza *et al.* (2008).

5.1.1. Balanço material – coluna de extração

A partir das considerações anteriormente fixadas, o primeiro passo para a modelagem do sistema é a aplicação da Equação de Conservação de Massa. Também conhecida como Equação da Continuidade, define que a taxa de acumulação de massa num volume de controle é igual à massa que entra menos a massa que sai. O processo de extração consiste na percolação constante do etanol ao longo da coluna de leito fixo recheada de grãos de soja, com volume definido $A \times \Delta z$ (ou $A \times dz$), e que tem como produto final a mistura de solvente+óleo extraído da semente (micela), conforme apontado na Figura 5.1.

Figura 5.1 - Coluna de leito fixo e empacotado



Fonte: o autor.

A equação da conservação de massa pode ser interpretada, para esse caso, conforme a Equação 5.1.

$$\left[\begin{array}{c} \text{Taxa mássica de} \\ \text{matéria que} \\ \text{entra na seção } z \end{array} \right] - \left[\begin{array}{c} \text{Taxa mássica de} \\ \text{matéria que sai} \\ \text{na seção } z + dz \end{array} \right] = \left[\begin{array}{c} \text{Taxa mássica de} \\ \text{matéria transferida} \\ \text{de uma fase para outra} \\ \text{em função do tempo} \end{array} \right] \quad (5.1)$$

A partir da aplicação de algumas definições e propriedades e variáveis do sistema, obtém-se as seguintes equações governantes:

$$\frac{dX_a}{dt} = \frac{K_Y a_p \times (Y_a - Y_a^*)}{\rho_{bulk}^{abs}} \quad (5.2)$$

$$\frac{dY_a}{dt} = \frac{K_Y a_p (Y_a^* - Y_a)}{\rho_{solv} \varepsilon} + u_s \frac{dY_a}{dz} \quad (5.3)$$

Com:

$$\rho_{bulk}^{abs} = \rho_{ent} \times (1 - \varepsilon) \times \left(\frac{1}{1 + X_{a,ent}} \right) \quad (5.4)$$

Onde: a_p é a área interfacial específica para a transferência de massa; K_Y é o coeficiente global de transferência de massa do fluxo de matéria; t é o tempo de extração; u_s é a velocidade superficial de percolação do solvente; X_a é a fração molar de óleo na fase sólida; $X_{a,ent}$ é a fração molar de óleo na fase sólida no momento de entrada na coluna de extração; Y_a é a fração molar de óleo na fase fluida; z é a distância de percolação do solvente em relação ao topo da coluna; ε é determinado como a porosidade do leito; ρ_{bulk}^{abs} é a massa específica absoluta da fase fluida; ρ_{ent} é a massa específica da fase sólida no momento de entrada na coluna de extração e; ρ_{solv} é a massa específica do solvente.

5.1.2. Outros aspectos físicos relativos à transferência de massa

O termo “ Y_a^* ”, presente na Equação 5.3, refere-se à condição de equilíbrio da extração. Na modelagem matemática, a condição de equilíbrio entre as fases é expressa em termos de uma constante C , relacionando ambas as fases (sólida e líquida). Essa relação baseia-se na Lei de Henry, exposta na Equação 5.5, onde “ Y_a^* ” é a fração de óleo na fase fluida em equilíbrio com a fase sólida e “ X_a ” é a fração de óleo presente na fase sólida.

$$Y_a^* = C X_a \quad (5.5)$$

Em relação ao coeficiente global de transferência de massa do fluxo de matéria, expresso por “ K_Y ”, é estimado. De acordo com Cremasco (2002), a determinação de todas as resistências envolvidas na extração sólido-líquido não é trivial, e, portanto, engloba-se todas essas resistências em um coeficiente global de transferência de massa. Navarro (2002) aponta que esse coeficiente é calculado mediante a seguinte expressão matemática:

$$K_Y = \frac{Sh D_{ab}}{d_p} \quad (5.6)$$

Onde: “ d_p ” é o diâmetro da partícula (determinado experimentalmente), “ D_{ab} ” é o coeficiente de difusão (possui o valor de $1,3 \times 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$) e “ Sh ” é o número de Sherwood, calculado mediante as seguintes correlações:

$$Sh = 2,4 \times Re^{0,34} \times Sc^{0,42} \quad \text{para } 0,08 < Re < 0,125 \quad (5.7)$$

$$Sh = 0,442 \times Re^{0,69} \times Sc^{0,42} \quad \text{para } 0,125 < Re < 5000 \quad (5.8)$$

O número de Reynolds (Re) e o número de Schmidt (Sc) são definidos de acordo com as Equações 4.14 e 4.15.

$$Re = \frac{u_s \times d_p \times \rho_{bulk}^{abs}}{\mu} \quad (5.9)$$

$$Sc = \frac{\mu}{D_{ab} \times \rho_{bulk}^{abs}} \quad (5.10)$$

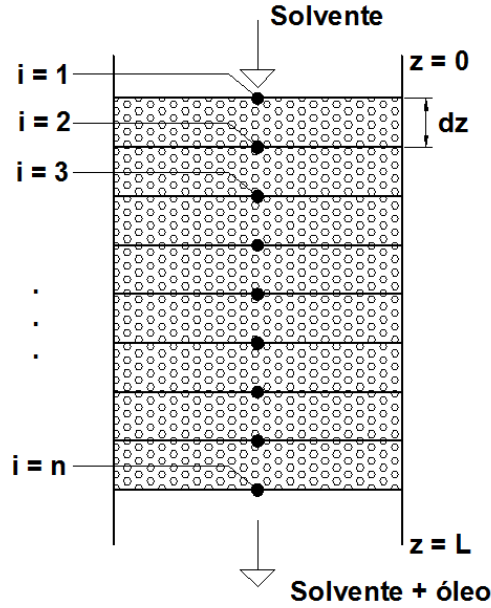
5.2. Materiais e Métodos

5.2.1. Método utilizado para solução das equações

As equações resultantes da modelagem do sistema de extração foram resolvidas pelo Método dos Volumes Finitos (MVF). O MVF é conhecido por apresentar propriedade conservativa, fundamental para o processo, e pela qualidade dos resultados alcançados (SILVA JUNIOR, 2012). Em estudos de uma dimensão, o MVF é caracterizado por fracionar o domínio espacial em intervalos de tamanho finito não sobrepostos, os quais são conhecidos por volume de controle. Em cada um desses volumes de controle, calcula-se uma aproximação da lei de conservação, sendo atualizados os valores em cada passo de tempo (NEVES e BEZERRA, 2013).

Das equações governantes do problema (Equações 5.2 e 5.3), o termo a ser resolvido é a variação da fração de óleo no solvente e também a fração de óleo na semente de soja, ambas em relação ao comprimento Δz do leito de extração, e ao longo do tempo, sendo caracterizadas como um sistema de Equação Diferencial Parcial (EDP). Em termos práticos, considerando a Figura 5.2 como sendo o filtro de leito fixo dividido em n intervalos de dimensão conhecida dz (ou Δz), a aplicação do MVF se dá entre os pontos centrais de cada intervalo, i .

Figura 5.2 - Ilustração de como o MVF age ao longo da coluna de extração



Fonte: o autor.

A aplicação do conceito se dá diferentemente no início, ao longo e no final do processo de extração. A primeira discretização, dada no início do processo de extração no leito fixo, pode ser escrita da seguinte forma:

$$\frac{dY_a^1}{dz} = \frac{Y_a^2 - Y_a^1}{\Delta z} \quad (5.11)$$

Ao longo do leito, a fração de óleo no solvente é dada pela discretização que se segue:

$$\frac{dY_a^i}{dz} = \frac{Y_a^{i+1} - Y_a^{i-1}}{2 \Delta z} \quad (5.12)$$

No final da extração, o termo a ser utilizado para a solução da EDP é:

$$\frac{dY_a^{n+1}}{dz} = \frac{Y_a^{n+1} - Y_a}{\Delta z} \quad (5.13)$$

A condição de contorno utilizada foi a seguinte:

$$Y_a(t, z = 0) = 0 \text{ (solvente entrando puro)}$$

Com esta aplicação, o sistema de EDPs é transformado em um sistema de Equações Diferenciais Ordinárias (EDOs), as quais foram resolvidas pelo método de Runge Kutta de 4ª ordem, com as seguintes condições iniciais:

$$Y_a(t = 0, z) = 0; \quad X_a(t = 0, z) = X_0 \text{ (fração de óleo na semente)}$$

5.2.2. Simulações do comportamento da extração

A fim de analisar numericamente o comportamento da extração sólido-líquido, realizaram-se simulações sob diversos valores de parâmetros geométricos da coluna e também sob diversos valores de parâmetros característicos do processo. Para tal, observou-se na literatura as faixas obtidas em sistemas semelhantes, como: a velocidade de percolação do solvente (u_s), a fração inicial de óleo na semente (X_a), a porosidade do leito (ε), o coeficiente global de transferência de massa ($K_Y a$), a constante de equilíbrio, considerando a validade da lei de Henry, entre as fases bulk e poro (C). Ainda, para os parâmetros geométricos altura (L) do leito e o diâmetro (D) do leito. Os dados são apresentados constam na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 - Dados obtidos em revisão bibliográfica

Variável	Navarro, 2002	Thomas, 2003	Veloso, 2003	Gonçalves, 2013	Tomazin Jr, 2008
u_s (m s ⁻¹)	0,0002 – 0,0016	0,0037 – 0,0078	0,008 – 0,015	-	-
X_a (adimensional)	0,18 – 0,50	0,21	0,19	-	0,18 – 0,25
ε (adimensional)	0,3 – 0,5	0,4	0,4 – 0,42	-	-
$K_Y a$ (kg m ⁻³ s ¹)	2,12 – 3,67	-	-	0,43 – 0,44	-
C (adimensional)	0,3065	0,2032 – 0,5332	0,2032	-	-
L (m)	0,15	0,575 – 4,025	1,0 – 2,0	0,15	-
D (m)	0,016	-	-	0,05	-

Fonte: o autor

A partir disso, escolheu-se os valores críticos de cada variável independente, sendo um valor mínimo e um valor máximo. Apesar de constar na literatura, a altura e o diâmetro da coluna foram arbitrados, sendo para o primeiro um valor mínimo de 0,5 m, enquanto que para o segundo se determinou uma faixa de diâmetro de 0,04 a 0,055 m. Essa decisão se dá para evitar volumes excessivos de etanol nos reservatórios e uma coluna adequada à experimentos em laboratório. Os valores utilizados nas simulações estão dispostos na Tabela 5.2. Essas

simulações foram realizadas interagindo todas as variáveis entre si (numa espécie de planejamento de execução de simulações 2⁶), exceto o diâmetro, cujo efeito pode ser calculado a partir de cada simulação.

Tabela 5.2 - Valores utilizados nas simulações

Variável	Valor mínimo	Valor máximo
u_s (m s ⁻¹)	0,0003	0,0095
X_a (adimensional)	0,18	0,25
ε (adimensional)	0,3	0,5
$K_Y a$ (kg m ⁻³ s ⁻¹)	0,430	3,671
C (adimensional)	1,8755	4,9213
L (m)	0,5	3,0
D (m)	0,04	0,055

Fonte: o autor

5.2.3. Dimensionamento do módulo experimental

O dimensionamento do módulo experimental foi realizado a partir do estudo dos dados resultantes das simulações. Analisou-se variáveis como diâmetro e altura da coluna, além dos volumes de solvente necessários para que, na base da coluna, haja 95% de eficiência de extração. Para evitar grandes volumes de solvente em ambos os reservatórios, uma vez que os próximos experimentos serão realizados em laboratório e tendo em vista a integridade do operador, deu-se escolha para os valores mínimos de diâmetro e altura da coluna que satisfizessem esta condição de eficiência de extração.

Também foram considerados os demais fatores necessários para o estabelecimento das condições necessárias aos experimentos.

5.3. Resultados e Discussões

5.3.1. Simulações

Através da interação entre todos os fatores selecionados para a realização das simulações, gerou-se a Tabela 1, disposta no Apêndice A – resultado das simulações. Os resultados dessas simulações foram analisados em função de parâmetros essenciais para dimensionamento o módulo experimental, tais como: tempo para atingir 95% de extração na base da coluna, fração de óleo no topo quando da extração de 95% na base, fração de óleo na fase líquida (bulk) na base, ou seja, na saída do sistema; volumes máximos e mínimos bem como vazões máximas e mínimas, em função do diâmetro da coluna em questão. A simbologia utilizada, o significado e a razão para a seleção de cada um desses parâmetros pode ser consultada na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Significado e importância das variáveis escolhidas para o dimensionamento de um módulo experimental.

Variável	Significado	Importância
t_{95}	Tempo necessário para que o material da base da coluna tenha 95% de óleo extraído. Depende da altura da coluna e da velocidade de percolação	Estimativa do volume a partir da vazão de solvente necessários para que se tenha 95% de extração no material disposto na base da coluna
Q_{\min}	Menor vazão volumétrica – baseada num diâmetro da coluna de 0,04 metros	Dimensionamento da bomba de alimentação de solvente e sua relação com o diâmetro da coluna e com o volume de etanol a ser utilizado
Q_{\max}	Maior vazão volumétrica – baseada um diâmetro de coluna de 0,055 metros	
X_{topo}	Fração de óleo na semente no topo da coluna, quando o material da base apresentar 95% de extração	Determina o teor de óleo residual na semente
Y_{base}	Fração mássica de óleo na corrente de solvente da saída da coluna, quando o material na base apresentar 95% de extração	Determina o conteúdo de óleo extraído no processo. Deve ter um valor que seja possível mensurar por balança analítica ou semi-analítica

Fonte: o autor.

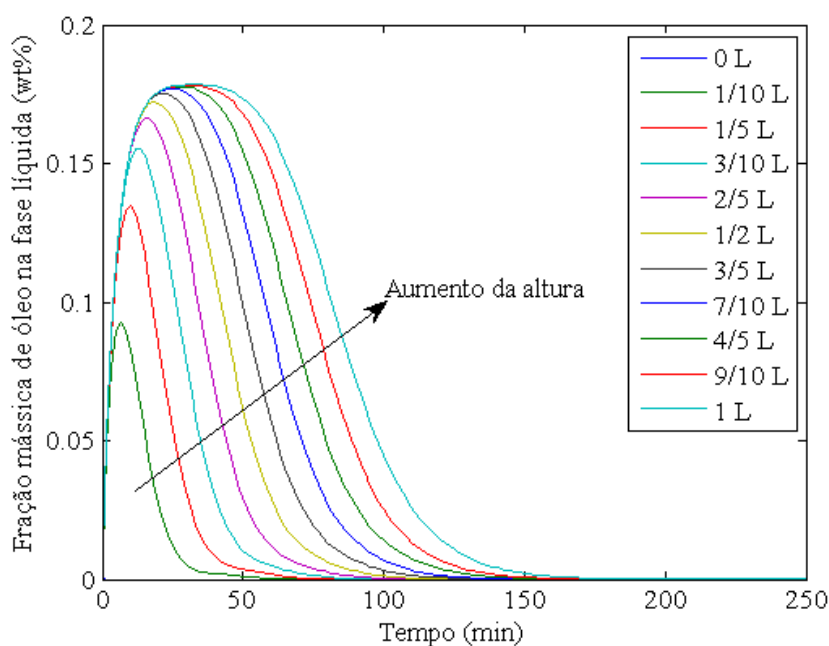
Os resultados das simulações podem ser utilizados de diversas formas. Nas Figuras 5.3 e 5.4, por exemplo, é apresentado o comportamento típico das variáveis estudadas em função da altura da coluna. Quanto maior a altura do leito de extração, maior é o tempo necessário para que se atinja 95% de extração na base da coluna.

O volume de etanol necessário para o processo é diretamente proporcional ao tempo de extração e a vazão volumétrica utilizada. A vazão, por outro lado, está relacionada com a velocidade de percolação e o diâmetro da coluna. Ainda, alturas maiores de coluna demandam maiores quantidades em volume de solvente para extração.

Para que a reprodução dos experimentos em escala laboratorial seja viável, deve-se dimensionar a coluna a fim de minimizar o uso do solvente necessário. Assim sendo, determinou-se a altura da coluna a partir da análise dos dados dispostos na Tabela 1 (Apêndice A), a qual considera um intervalo de altura (L) de 0,5 a 3 metros.

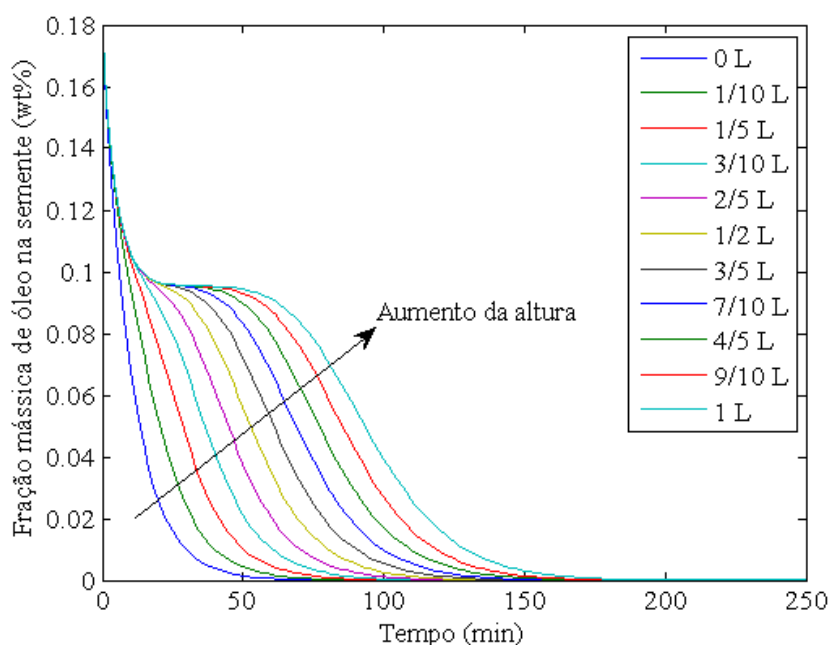
Os resultados reportados das interações entre os valores mínimos do coeficiente global de transferência de massa e valores mínimos da constante de Henry apontam que adotar uma coluna com altura de 3 metros é inviável. Nas condições apontadas, volumes elevados de etanol são necessários para atingir um percentual de extração de 95% na base da coluna, para ambos os diâmetros de 4 e 5,5 cm.

Figura 5.3 - Relação da altura com o tempo de extração – comportamento da fase líquida.



Fonte: o autor

Figura 5.4 - Relação da altura com o tempo necessário para extração de óleo – fase sólida.



Fonte: o autor

Sendo refutada a altura de 3 metros para a coluna, parte-se para um estudo por iteração com diferentes alturas para definir a altura ideal da coluna. Desta etapa, tem-se como resultado que uma coluna de 1 metro supriria adequadamente a condição proposta. Um problema que poderia ser encontrado ao diminuir o tamanho da coluna de extração é a impossibilidade de se aferir o teor de óleo extraído na base da coluna, uma vez que esses valores poderiam ser relativamente baixos. Para a coluna com a altura proposta (1 metro), não ocorreria esse inconveniente. Ainda, para evitar efeitos de parede durante a extração, foi selecionado o diâmetro de 5,5 cm para a coluna. Assim, minimizam-se os efeitos da rugosidade da parede do tubo e a ocorrência da formação de caminhos preferenciais. Os valores resultantes estão demonstrados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Resultado das simulações do processo para uma altura da coluna de extração de 1 m e diâmetro interno do tubo de 0,055 metros.

Variável	Mínimo	Máximo
t95 (min)	5,0	160,0

Tabela 5.4 – Resultado das simulações do processo para uma altura da coluna de extração de 1 m e diâmetro interno do tubo de 0,055 metros (conclusão)

Variável	Mínimo	Máximo
V (L)	1,01	51,93
Q (L min ⁻¹)	0,02	1,5
Y _{base} ((g óleo) (g solv.) ⁻¹)	0,0012	0,0490
X _{topo} ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	0	0,0085

Fonte: dados experimentais

5.3.2. Módulo experimental

Com base nos resultados das simulações, dimensionou-se o módulo experimental. O módulo conta com 2 reservatórios, uma bomba, um relógio de pressão, um banho de aquecimento do solvente, um painel contendo 3 rotâmetros, um tubo em U para medição da perda de carga na coluna, 2 termopares, uma coluna de extração, uma placa de distribuição, malha, aquecedor para a coluna, flanges e uma saída para a retirada de amostras.

Os reservatórios devem ser de polietileno, com capacidade de 50 litros cada. O primeiro reservatório armazena o solvente puro, que será utilizado no processo de extração, enquanto que o segundo reservatório é destinado ao depósito da mistura solvente+óleo, obtida ao final do processo de extração. Contém dois orifícios, sendo um destinado para entrada da canalização e outro para servir de “respiro”, com menor diâmetro, a fim de manter o líquido armazenado à pressão atmosférica.

A bomba é utilizada para bombear o solvente para aquecimento e posterior inserção na coluna. A faixa de vazão que deve ser atendida pela bomba vai de 0,02 a 1,5 L min⁻¹. O modelo proposto, para tanto, é uma bomba centrífuga monoestágio, com potência de 1/6 cv. Uma vez que essa bomba exerce pressão ao sistema, deve-se realizar monitoramento para evitar colapsos no equipamento. Para tanto, dispõe-se um manômetro, ou relógio de pressão, a jusante, com intervalo de pressão de 0 a 2 kgf.

O banho-maria presente no módulo experimental tem por objetivo o aquecimento do solvente. Para aquecer uniformemente o solvente e para evitar perdas por evaporação, propõe-se acoplar uma serpentina de cobre no interior do equipamento, mergulhada na água aquecida. Escolhe-se o cobre por não apresentar interação química com o solvente, no caso o etanol.

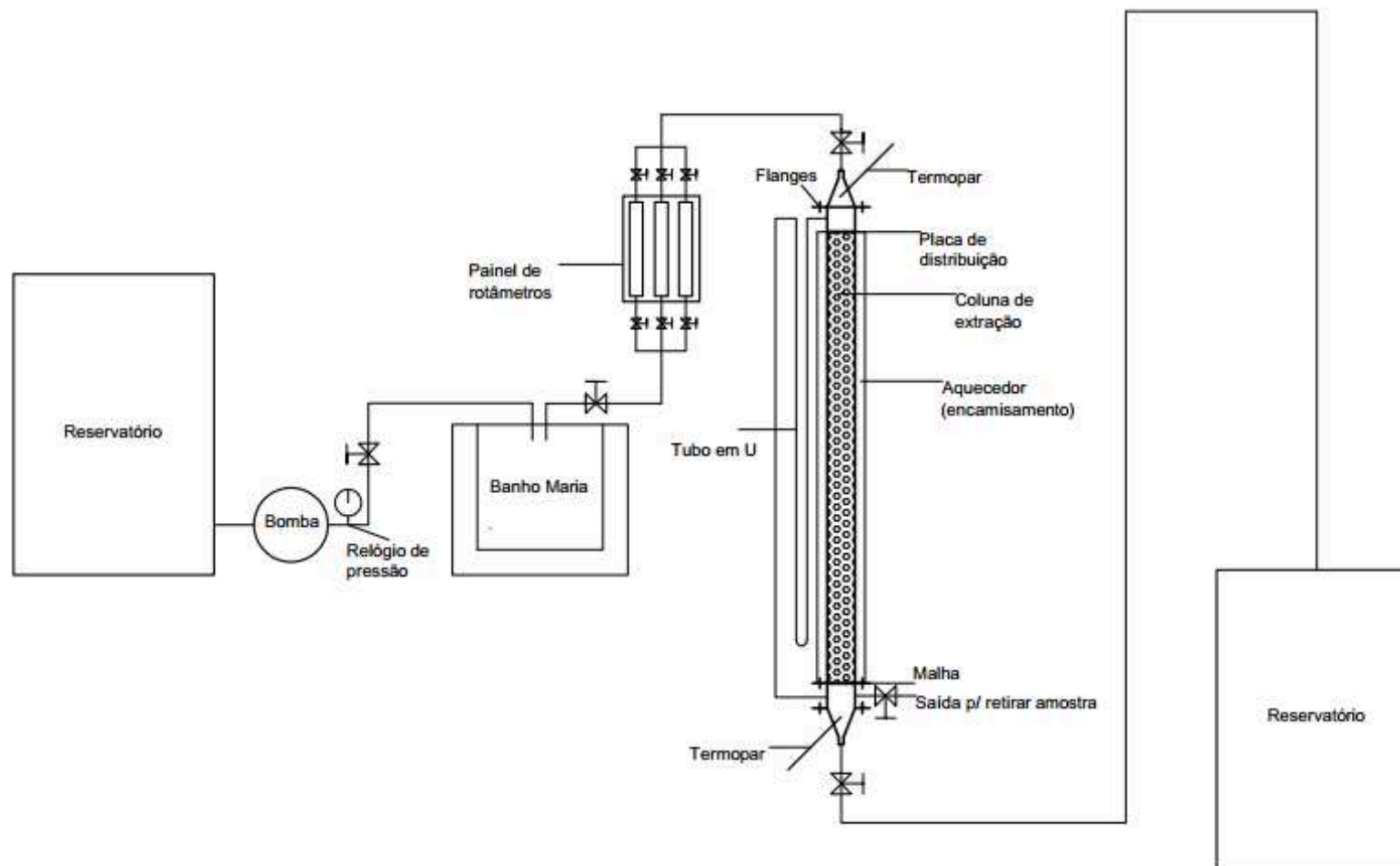
Para controlar a vazão de solvente na entrada da coluna de extração, deve ser instalado um painel de rotâmetros. O painel deve ser constituído de 3 rotâmetros em paralelo, sendo instalado a jusante do banho de aquecimento e a montante da coluna de extração. Os rotâmetros devem atender com precisão a faixa de vazão de 0,02 a 1,5 litros por minuto e, para tanto, o sistema proposto compreende: um rotâmetro com faixa de vazão de 0,01 a 0,12 L min⁻¹, um rotâmetro que compreenda a faixa de 0,04 a 0,4 L min⁻¹ e um rotâmetro com capacidade de medição de 0,1 a 1,5 L min⁻¹. Todos os equipamentos com corpo em acrílico e flutuador com vidro preto.

A coluna de extração, por sua vez, deve ser confeccionada em vidro borossilicato, com 60 mm de diâmetro externo e parede de 5 mm, totalizando 55 mm de diâmetro interno. De acordo com as simulações realizadas, a altura ideal é de 1 metro. O leito da coluna deve propiciar a troca do material sólido em seu interior e, para tal, são necessários 3 flanges no tubo: o primeiro na extremidade superior da coluna, o segundo para prender a malha que sustenta o material de extração e o terceiro na extremidade inferior. A malha de sustentação do material, disposta na parte inferior, deve ser fixa e de material resistente, com abertura para passar o solvente inferior a granulometria da matéria-prima (laminada ou não). A malha superior, ou placa de distribuição de velocidades, não precisa ser fixa, necessitando de apenas um certo peso para exercer força de empacotamento à coluna. Ainda, a coluna de extração deve ter aberturas para acoplar um Tubo U, destinado ao controle da pressão e perda de carga da coluna, 2 termopares (um superior e outro inferior) para controle da temperatura e, na parte inferior, uma canalização para retirada de amostras. O controle da temperatura na coluna de extração pode ser feito com um aquecedor de tambor, com faixa de operação de 0 a 90°C.

A tubulação do sistema compreende a utilização de mangueiras flexíveis e tubos rígidos. Do primeiro reservatório até a bomba, sugere-se tubulação rígida confeccionada em PVC, com diâmetro de 1 ¼ polegada. Da bomba à primeira válvula de controle, também tubulação rígida de PVC, porém com diâmetro inferior, de 1 polegada. Para a ligação dos demais conjuntos, propõe-se uma mangueira flexível de PEAD, com diâmetro de 1 polegada. Em relação às válvulas, sugere-se do tipo globo.

A partir da construção do módulo experimental proposto, espera-se que seja possível a análise de todos os aspectos inerentes à transferência de massa. Um croqui do módulo experimental com a disposição dos componentes pode ser visto na Figura 5.5.

Figura 5.5 – Croqui do módulo experimental a ser confeccionado.



Fonte: o autor.

5.4. Conclusões

A extração sólido-líquido é submetida a vários fenômenos até atingir o seu equilíbrio. Esses fenômenos estão ligados aos mecanismos de transferência de massa, dando a necessidade de se dimensionar um aparato experimental que possibilite essa análise de maneira criteriosa. Tendo isso em vista, o Capítulo 5 focou no dimensionamento do módulo experimental através de simulações numéricas, propondo um sistema em que fosse possível estudos mais avançados.

Em um primeiro momento, a extração sólido-líquido foi interpretada em sentido matemático para uma coluna de leito fixo e empacotado. Partiu-se da equação de conservação de massa, resultando em um sistema de EDPs, que foram transformadas em um sistema de EDOs através do Método dos Volumes Finitos (MVF), cuja característica é discretizar o espaço em finitos volumes de controle. A solução do sistema de EDOs se deu pelo método de Runge Kutta 4ª ordem.

Ainda, pesquisou-se em literatura as variáveis, e os respectivos valores, que interferem no estudo dos fenômenos de transferência de massa como: velocidade de percolação, vazão, diâmetro da coluna, porosidade do leito, teor de óleo inicial na semente, coeficiente global de transferência de massa e a constante de equilíbrio. Essas variáveis foram submetidas a interações entre si, análogo a planejamento fatorial 2^k (para o caso específico, $k = 6$). Os resultados dessas interações foram expressos em termos de dados operacionais representativos. A partir da análise dos dados uma coluna de 1 m de altura e 5,5cm de diâmetro foi dimensionada.

A partir das dimensões da coluna de extração, sugeriu-se um módulo experimental completo. Esse módulo é composto de 2 reservatórios, 1 bomba, 1 manômetro, 1 banho de aquecimento do solvente, rotâmetros, da coluna de extração e seus aparatos além de válvulas e tubulações. Através da confecção desse aparato, poder-se-á desenvolver estudos mais avançados em relação aos aspectos de transferência de massa.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho abordou, de maneira sequencial, duas etapas: (i) Avaliação do equilíbrio da extração sólido-líquido, e (ii) dimensionamento de um módulo experimental para estudos dos aspectos de transferência de massa.

A primeira parte focou no estudo do equilíbrio da extração de óleo de soja com etanol. Fez-se a caracterização da matéria-prima em relação ao teor de óleo e umidade, por meio de metodologia especificada, obtendo-se como resultado 18,31% e 5,27%, respectivamente. Após a caracterização, foi estimado o tempo necessário para que a extração atinja o estado de equilíbrio para três temperaturas diferentes. Sabendo o tempo que é preciso para se estabelecer o equilíbrio, foi empregado um planejamento fatorial completo 2^k , com temperatura, razão etanol:óleo e pureza do solvente como fatores experimentais. A partir da análise estatística, apontou-se a significância de cada fator, bem como o teste de curvatura quadrática mostrou que um modelo de superfície de resposta linear de 1ª ordem é adequado. Este modelo foi utilizado para estimar as condições de elevadas extrações.

Diz-se como adequada, uma extração próxima à máxima, pois o modelo matemático desenvolvido não considera os aspectos relativos a transferência de massa, de impacto negativo na extração. Tendo essa problemática em vista, foi sugerida a confecção de um módulo experimental que possibilite o estudo dos fenômenos que ocorrem na transferência de matéria da fase sólida para a fase líquida. O aparato experimental sugerido compreende, dentre outros equipamentos, uma coluna de extração de 1 metro de altura e 0,055 metros de diâmetro interno, na qual será mantida o sólido para extração, alimentada por uma bomba que seja capaz de trabalhar em faixas de vazão de 0,02 a 1,5 L min⁻¹.

O presente estudo foi fundamental para a sequência da pesquisa sobre a viabilidade de extração de óleo de soja com etanol. A partir do dimensionamento do módulo experimental e sua respectiva confecção, serão possíveis estudos aprofundados sobre os aspectos de transferência de massa envolvidos no sistema. Ao conhecer e estimar esses fenômenos envolvidos, é capaz de se estimar com precisão a porcentagem de extração do óleo de soja com o etanol.

Apesar da eficiência satisfatória na extração, o etanol apresentou características não seletivas (extraindo outros compostos além de lipídeos). Sendo assim, sugere-se que o comportamento de outros solventes seja estudado, afim de comparação, além da utilização de co-solventes ao processo de extração de óleo de soja com etanol.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBRECHT, L. P. et al. Teores de óleo, proteínas e produtividade de soja em função da antecipação da semeadura na Região Oeste do Paraná. **Bragantia**, Campinas, v. 67, n. 4, p. 865-873, 2008.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY (AOCS). **Official Method Ac 3-44 - Soybeans - Oil Content**. Illinois, 3p. 1997.

ATABANI, A. E. et al. A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, s.l., 16, Maio 2012. p. 2070-2093.

BLEY, J. H. **Modelagem Matemática da Extração de Óleo de Girassol por Solvente**. Dissertação (Mestrado em Modelagem Matemática) - Programa de Pós-Graduação em Modelagem Matemática, Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul. Ijuí, 139p. 2007.

BRASIL. **Balanco Energético Nacional - BEN: relatório final**. Empresa de Pesquisa Energética. Rio de Janeiro, 288p. 2014.

CAVALCANTE, A. K.; SOUSA, L. B. D.; HAMAWAKI, O. T. Determinação e avaliação do teor de óleo em sementes de soja pelos métodos de ressonância magnética nuclear e soxhlet. **Biosci J.**, Uberlândia, v. 27, n. 1, p. 8-15, Jan/Feb 2011.

CGEE. **Avaliação do Biodiesel no Brasil**. Centro de Gestão e Estudos Estratégicos. Brasília, 48p. 2004.

CONAB. **Acompanhamento da safra brasileira - Grãos: décimo primeiro levantamento**. Companhia Nacional de Abastecimento. Brasília, 101p. 2015.

CREMASCO, M. A. **Fundamentos de Transferência de Massa**. 2ª. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2002.

DAGOSTIN, J. L. A.; CARPINÉ, D.; CORAZZA, M. L. Extraction of soybean oil using ethanol and mixtures with alkyl esters (biodiesel) as co-solvent: Kinetics and thermodynamics. **Industrial Crops and Products**, v. 74, p. 69-75, 2015. ISSN 0926-6690.

DIB, F. H. **Produção de biodiesel a partir de óleo residual reciclado e realização de testes comparativos com outros tipos de biodiesel e proporções de mistura em um motor-generador**. Dissertação (Mestre em Engenharia Mecânica), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista. Ilha Solteira, 118p. 2010.

EMBRAPA. **Tecnologia para produção do óleo de soja: descrição das etapas, equipamentos, produtos e subprodutos**. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Londrina, 40p. 2001.

ENCARNAÇÃO, A. P. G. **Geração de biodiesel pelos processos de transesterificação e hidroesterificação, uma avaliação econômica.** Dissertação (Mestrado em Ciências), Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 164p. 2008.

ENERGY INFORMATION ADMINISTRATION (EIA). **International Energy Outlook.** Washington, 62p. 2013.

FAZAL, M. A.; HASEEB, A. S. M. A.; MASJUKI, H. H. Biodiesel feasibility study: An evaluation of material compatibility; performance; emission and engine durability. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, s.l., 15, n. 2, Fevereiro 2011. p. 1314-1324.

FREITAS, S. P.; LAGO, R. C. A. Equilibrium Data for the Extraction of Coffee and Sunflower Oils with Ethanol. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 10, n. 3, p. 220-224, jul./set 2007.

GANDHI, et al. Studies on alternative solvents for the extraction of oil-I soybean. **International Journal of Food Science and Technology**, n. 38, p. 369-375, 2003.

GONÇALVES, D. **Estudo do Processo de Desterpenação de Óleos Essenciais Cítricos: Dados de Equilíbrio Líquido-Líquido e Extração em Coluna de Discos Rotativos Perfurados.** Dissertação (Mestrado em Ciências), Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo. Pirassununga, 181p. 2013.

GREEN, D. W.; PERRY, R. H. **Perry's Chemical Engineers' Handbook.** [S.l.]: McGraw - Hill, 2008. 2640 p.

ÍNDICE de Commodities Brasil. **BM&F BOVESPA**, 2015. Disponível em: <http://www.bmf.com.br/bmfbovespa/pages/boletim1/bd_manual/indiceCommodities.asp>. Acesso em: 11 novembro 2015.

KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J. **The Biodiesel Handbook.** Champaign: AOCS Press, 2005. 303p.

KUCEK, K. T. **Otimização da transesterificação etílica do óleo de soja em meio alcalino.** Dissertação (Mestrado em Química Orgânica), Curso de Pós-Graduação em Química, Setor de Ciências Exatas, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 123p. 2004.

LIU, K. **Soybeans: Chemistry, Technology and Utilization.** New York: Chapman & Hall, 1997. 532p.

MAJUMDAR, G. C.; SAMANTA, A. N.; SENGUPTA, S. P. Modeling Solvent Extraction of Vegetable Oil in a Packed Bed. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, 72, Setembro 1995. p. 971-979.

MOLINARI, J. **A relação do mercado da soja com as vendas de colheitadeiras: a realidade da John Deere no Rio Grande do Sul.** Monografia (Bacharel em Ciências Econômicas) - Curso de Graduação em Ciências Econômicas, Departamento de Ciências

Administrativas, Contábeis, Econômicas e da Comunicação (DACEC), Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul. Santa Rosa, 81p. 2012.

NAVARRO, M. L. M. **Estudo da Transferência de Massa no Processo de Extração com Solvente de Óleos Vegetais em Coluna de Leito Fixo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 87p. 2002.

NEVES, E. E.; BEZERRA, Y. S. D. F. Métodos dos volumes finitos: uma abordagem prática e aplicação em problemas de difusão térmica com MatLab. **Carpe Diem: Revista Cultural e Científica da UNIFACEX**, Natal, 11, n. 11, 2013. p. 28-45.

PADILHA, D. et al. Dephosphorization of chromium-rich ashes from thermally-treated leather waste for utilization in pyrometallurgical process. **International Journal of Mineral Processing**, v. 114-117, p. 63-68, 2012. ISSN 0301-7516.

PARENTE, E. J. D. S. **Biodiesel: Uma Aventura Tecnológica num País Engraçado**. Fortaleza: Unigráfica, 2003. 66p.

RAO, R. K. et al. Alcoholic Extraction of Vegetable Oils. I Solubilities of Cottonseed, Peanut, Sesame, and Soybean Oils in Aqueous Ethanol. **The Journal of the American Oil Chemists' Society**, Urbana, Illinois, v. 32, p. 420-423, July 1955.

RODRIGUES, C. E. D. C. **Utilização de solvente biorenovável nos processos de extração e desacidificação de óleos vegetais**. Tese (Livre-Docência na área de Equilíbrio de Fases e Processos de Separação na Indústria de Alimentos) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo. Pirassununga, 172p. 2011.

SHARMA, Y.C., SINGH, B. Development of biodiesel: Current Scenario. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, s.l., v. 13, p. 1646-1651, ago-set., 2009.

SILVA FILHO, J. B. D. **Produção de biodiesel etílico de óleos e gorduras residuais (OGR) em reator químico de baixo custo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 73p. 2010.

SILVA JUNIOR, A. F. **Método dos Volumes Finitos para Equação de Convecção e Difusão em uma Dimensão Espacial**. Dissertação (Mestre em Modelagem Computacional em Ciência e Tecnologia) - Programa de Pós-Graduação em Modelagem Computacional em Ciência e Tecnologia, Universidade Federal Fluminense. Volta Redonda, 135p. 2012.

SOUZA, A. T. D. et al. Supercritical extraction process and phase equilibrium of Candeia (*Eremanthus erythropappus*) oil using supercritical carbon dioxide. **Journal of Supercritical Fluids**, 47, Dezembro 2008. 182-187.

THOMAS, G. C. **Análise teórico-experimental da extração de óleo de soja em instalação industrial do tipo Rotocell**. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, PROMEC, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 125p. 2003.

TOMAZIN JR, C. Extração de óleo de soja com etanol e transesterificação etílica na miscela. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Programa de Pós-Graduação em Ciências, Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo. Piracicaba, 64p. 2008.

VELOSO, G. D. O. Modelagem Física e Matemática dos Processos de Extração de Óleo de Soja em Fluxos Contracorrente Cruzados. Tese (Doutorado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, PROMEC, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 158p. 2003.

ZACHI, R. Influência da Temperatura no Processo de Extração de Óleo de Soja em Leito Fixo. Dissertação (Mestrado em Modelagem Matemática) - Programa de Pós-Graduação em Modelagem Matemática, Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul. Ijuí, 115p. 2007.

APÊNDICE A – RESULTADO DAS SIMULAÇÕES

Tabela 1 - Resultado das simulações utilizando as variáveis dispostas na Tabela 5.2.

Variáveis investigadas										Variáveis de resposta			
Nº	u (m s ⁻¹)	L (m)	ε (adimensional)	X0 (g óleo) (g grão) ⁻¹)	Kya (kg m ⁻³ s ⁻¹)	C (adimensional)	t95 (min)	X _{topo} (g óleo) (g grão) ⁻¹)	Y _{base} (g óleo) (g solv.) ⁻¹)	D = 4 cm		D = 5,5 cm	
										V _{min} (L)	Q _{min} (L min ⁻¹)	V _{max} (L)	Q _{max} (L min ⁻¹)
1	0,0003	0,5	0,3	0,18	0,430	4,9213	76,7	0,0000	0,0267	2,19	0,0285	5,22	0,0681
2	0,0095	0,5	0,3	0,18	0,430	4,9213	13,4	0,0061	0,0033	19,03	1,4255	45,45	3,4047
3	0,0003	3,0	0,3	0,18	0,430	4,9213	191,7	0,0000	0,0321	5,46	0,0285	13,05	0,0681
4	0,0095	3,0	0,3	0,18	0,430	4,9213	16,7	0,0026	0,0069	23,78	1,4255	56,80	3,4047
5	0,0003	0,5	0,5	0,18	0,430	4,9213	65,0	0,0000	0,0249	1,85	0,0285	4,43	0,0681
6	0,0095	0,5	0,5	0,18	0,430	4,9213	13,4	0,0061	0,0019	19,03	1,4255	45,45	3,4047
7	0,0003	3,0	0,5	0,18	0,430	4,9213	168,4	0,0000	0,0290	4,80	0,0285	11,46	0,0681
8	0,0095	3,0	0,5	0,18	0,430	4,9213	15,0	0,0040	0,0054	21,41	1,4255	51,13	3,4047
9	0,0003	0,5	0,3	0,25	0,430	4,9213	76,7	0,0000	0,0371	2,19	0,0285	5,22	0,0681
10	0,0095	0,5	0,3	0,25	0,430	4,9213	13,4	0,0084	0,0046	19,03	1,4255	45,45	3,4047
11	0,0003	3,0	0,3	0,25	0,430	4,9213	191,7	0,0000	0,0445	5,46	0,0285	13,05	0,0681
12	0,0095	3,0	0,3	0,25	0,430	4,9213	16,7	0,0036	0,0096	23,78	1,4255	56,80	3,4047
13	0,0003	0,5	0,5	0,25	0,430	4,9213	65,0	0,0000	0,0345	1,85	0,0285	4,43	0,0681
14	0,0095	0,5	0,5	0,25	0,430	4,9213	13,4	0,0084	0,0027	19,03	1,4255	45,45	3,4047
15	0,0003	3,0	0,5	0,25	0,430	4,9213	168,4	0,0000	0,0402	4,80	0,0285	11,46	0,0681
16	0,0095	3,0	0,5	0,25	0,430	4,9213	15,0	0,0055	0,0075	21,41	1,4255	51,13	3,4047
17	0,0003	0,5	0,3	0,18	3,671	4,9213	55,0	0,0000	0,0151	1,57	0,0285	3,75	0,0681
18	0,0095	0,5	0,3	0,18	3,671	4,9213	3,4	0,0001	0,0058	4,78	1,4255	11,41	3,4047

Tabela A1 - Resultado das simulações utilizando as variáveis dispostas na Tabela 5.2.

(continuação)

Variáveis investigadas										Variáveis de resposta			
Nº	u (m s ⁻¹)	L (m)	ε (adimen sional)	X0 ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	Kya (kg m ⁻³ s ⁻¹)	C (adimen sional)	t95 (min)	X _{topo} ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	Y _{base} ((g óleo) (g solv.) ⁻¹)	D = 4 cm		D = 5,5 cm	
										V _{min} (L m ⁻¹)	Q _{min} (L m ⁻³)	V _{max} (L m ⁻¹)	Q _{max} (L m ⁻³)
19	0,0003	3,0	0,3	0,18	3,671	4,9213	118,4	0,0000	0,0280	3,37	0,0285	8,06	0,0681
20	0,0095	3,0	0,3	0,18	3,671	4,9213	6,7	0,0000	0,0047	9,53	1,4255	22,75	3,4047
21	0,0003	0,5	0,5	0,18	3,671	4,9213	50,0	0,0000	0,0232	1,43	0,0285	3,41	0,0681
22	0,0095	0,5	0,5	0,18	3,671	4,9213	3,4	0,0001	0,0023	4,78	1,4255	11,41	3,4047
23	0,0003	3,0	0,5	0,18	3,671	4,9213	121,7	0,0000	0,0139	3,47	0,0285	8,29	0,0681
24	0,0095	3,0	0,5	0,18	3,671	4,9213	5,0	0,0000	0,0110	7,15	1,4255	17,08	3,4047
25	0,0003	0,5	0,3	0,25	3,671	4,9213	55,0	0,0000	0,0210	1,57	0,0285	3,75	0,0681
26	0,0095	0,5	0,3	0,25	3,671	4,9213	3,4	0,0002	0,0081	4,78	1,4255	11,41	3,4047
27	0,0003	3,0	0,3	0,25	3,671	4,9213	118,4	0,0000	0,0389	3,37	0,0285	8,06	0,0681
28	0,0095	3,0	0,3	0,25	3,671	4,9213	6,7	0,0000	0,0065	9,53	1,4255	22,75	3,4047
29	0,0003	0,5	0,5	0,25	3,671	4,9213	50,0	0,0000	0,0323	1,43	0,0285	3,41	0,0681
30	0,0095	0,5	0,5	0,25	3,671	4,9213	3,4	0,0002	0,0032	4,78	1,4255	11,41	3,4047
31	0,0003	3,0	0,5	0,25	3,671	4,9213	121,7	0,0000	0,0194	3,47	0,0285	8,29	0,0681
32	0,0095	3,0	0,5	0,25	3,671	4,9213	5,0	0,0000	0,0153	7,15	1,4255	17,08	3,4047
33	0,0003	0,5	0,3	0,18	0,430	1,8755	148,4	0,0000	0,0092	4,23	0,0285	10,10	0,0681
34	0,0095	0,5	0,3	0,18	0,430	1,8755	35,0	0,0060	0,0012	49,92	1,4255	119,22	3,4047
35	0,0003	3,0	0,3	0,18	0,430	1,8755	333,4	0,0000	0,0118	9,50	0,0285	22,70	0,0681
36	0,0095	3,0	0,3	0,18	0,430	1,8755	40,0	0,0037	0,0030	57,04	1,4255	136,24	3,4047
37	0,0003	0,5	0,5	0,18	0,430	1,8755	116,7	0,0000	0,0089	3,33	0,0285	7,95	0,0681
38	0,0095	0,5	0,5	0,18	0,430	1,8755	33,4	0,0071	0,0008	47,54	1,4255	113,55	3,4047

Tabela A1 - Resultado das simulações utilizando as variáveis dispostas na Tabela 5.2.

(continuação)

Variáveis investigadas										Variáveis de resposta			
Nº	u (m s ⁻¹)	L (m)	ε (adimen sional)	X0 ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	Kya (kg m ⁻³ s ⁻¹)	C (adimen sional)	t95 (min)	X _{topo} ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	Y _{base} ((g óleo) (g solv.) ⁻¹)	D = 4 cm		D = 5,5 cm	
										V _{min} (L m ⁻¹)	Q _{min} (L m ⁻³)	V _{max} (L m ⁻¹)	Q _{max} (L m ⁻³)
39	0,0003	3,0	0,5	0,18	0,430	1,8755	266,7	0,0000	0,0109	7,60	0,0285	18,16	0,0681
40	0,0095	3,0	0,5	0,18	0,430	1,8755	36,7	0,0051	0,0021	52,29	1,4255	124,90	3,4047
41	0,0003	0,5	0,3	0,25	0,430	1,8755	148,4	0,0000	0,0127	4,23	0,0285	10,10	0,0681
42	0,0095	0,5	0,3	0,25	0,430	1,8755	35,0	0,0084	0,0016	49,92	1,4255	119,22	3,4047
43	0,0003	3,0	0,3	0,25	0,430	1,8755	333,4	0,0000	0,0164	9,50	0,0285	22,70	0,0681
44	0,0095	3,0	0,3	0,25	0,430	1,8755	40,0	0,0052	0,0041	57,04	1,4255	136,24	3,4047
45	0,0003	0,5	0,5	0,25	0,430	1,8755	116,7	0,0000	0,0123	3,33	0,0285	7,95	0,0681
46	0,0095	0,5	0,5	0,25	0,430	1,8755	33,4	0,0099	0,0011	47,54	1,4255	113,55	3,4047
47	0,0003	3,0	0,5	0,25	0,430	1,8755	266,7	0,0000	0,0152	7,60	0,0285	18,16	0,0681
48	0,0095	3,0	0,5	0,25	0,430	1,8755	36,7	0,0071	0,0030	52,29	1,4255	124,90	3,4047
49	0,0003	0,5	0,3	0,18	3,671	1,8755	88,4	0,0000	0,0111	2,52	0,0285	6,02	0,0681
50	0,0095	0,5	0,3	0,18	3,671	1,8755	6,7	0,0007	0,0046	9,53	1,4255	22,75	3,4047
51	0,0003	3,0	0,3	0,18	3,671	1,8755	185,0	0,0000	0,0126	5,27	0,0285	12,60	0,0681
52	0,0095	3,0	0,3	0,18	3,671	1,8755	11,7	0,0000	0,0063	16,65	1,4255	39,78	3,4047
53	0,0003	0,5	0,5	0,18	3,671	1,8755	73,4	0,0000	0,0111	2,09	0,0285	4,99	0,0681
54	0,0095	0,5	0,5	0,18	3,671	1,8755	6,7	0,0007	0,0020	9,53	1,4255	22,75	3,4047
55	0,0003	3,0	0,5	0,18	3,671	1,8755	168,4	0,0000	0,0130	4,80	0,0285	11,46	0,0681
56	0,0095	3,0	0,5	0,18	3,671	1,8755	10,0	0,0000	0,0042	14,28	1,4255	34,10	3,4047
57	0,0003	0,5	0,3	0,25	3,671	1,8755	88,4	0,0000	0,0154	2,52	0,0285	6,02	0,0681
58	0,0095	0,5	0,3	0,25	3,671	1,8755	6,7	0,0010	0,0064	9,53	1,4255	22,75	3,4047

Tabela A1 - Resultado das simulações utilizando as variáveis dispostas na Tabela 5.2.

(conclusão)

Variáveis investigadas								Variáveis de resposta					
Nº	u (m s ⁻¹)	L (m)	ε (adimensional)	X0 ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	Kya (kg m ⁻³ s ⁻¹)	C (adimensional)	t95 (min)	X _{topo} ((g óleo) (g grão) ⁻¹)	Y _{base} ((g óleo) (g solv.) ⁻¹)	D = 4 cm		D = 5,5 cm	
										V _{min} (L m ⁻¹)	Q _{min} (L m ⁻³)	V _{max} (L m ⁻¹)	Q _{max} (L m ⁻³)
59	0,0003	3,0	0,3	0,25	3,671	1,8755	185,0	0,0000	0,0175	5,27	0,0285	12,60	0,0681
60	0,0095	3,0	0,3	0,25	3,671	1,8755	11,7	0,0000	0,0088	16,65	1,4255	39,78	3,4047
61	0,0003	0,5	0,5	0,25	3,671	1,8755	73,4	0,0000	0,0155	2,09	0,0285	4,99	0,0681
62	0,0095	0,5	0,5	0,25	3,671	1,8755	6,7	0,0010	0,0027	9,53	1,4255	22,75	3,4047
63	0,0003	3,0	0,5	0,25	3,671	1,8755	168,4	0,0000	0,0180	4,80	0,0285	11,46	0,0681
64	0,0095	3,0	0,5	0,25	3,671	1,8755	10,0	0,0001	0,0058	14,28	1,4255	34,10	3,4047

